

**ESTUDIO PARA EL DESARROLLO Y OPTIMIZACIÓN DEL ESPUMADO DE
POLICARBONATO CON AGENTES DE SIEMBRA EN EL PROCESO DE
INYECCIÓN**

Realizado por:

Carlos Andrés Vargas Isaza

Universidad EAFIT – Departamento de Ingeniería de Producción

Instituto de Capacitación e Investigación del Plástico y del Caucho – Medellín

2012

**ESTUDIO PARA EL DESARROLLO Y OPTIMIZACIÓN DEL ESPUMADO DE
POLICARBONATO CON AGENTES DE SIEMBRA EN EL PROCESO DE
INYECCIÓN**

CARLOS ANDRÉS VARGAS ISAZA

Proyecto de grado

como parte de los requerimientos

para la obtención del título

MAGISTER EN INGENIERÍA DE PROCESAMIENTO DE POLÍMEROS

Asesor:

Ing. Dr. Alberto Naranjo Carvajal

Universidad EAFIT

Departamento de Ingeniería de Producción

Instituto de Capacitación e Investigación del Plástico y del Caucho

Medellín

2012

Nota de Aceptación

_____ APROBADO

Jurado : -----

-----.

_____ APROBADO

Jurado : -----

-----.

Medellín, Mayo de 2012

Este trabajo es el fruto de muchos días de trabajo,
lectura, ensayos y análisis de pruebas. Gracias a mi
familia por su apoyo y comprensión. Especialmente
dedico este trabajo y esfuerzo a mi padre que allí desde
el cielo comparta la alegría de este logro obtenido.

AGRADECIMIENTOS

Sin el aporte y apoyo de este grupo de colegas y amigos, no hubiera sido posible realizar y culminar este fascinante trabajo:

Ph. D. María del Pilar Noriega e Ing. Dr. Alberto Naranjo Carvajal – Instituto de Capacitación e Investigación del Plástico y del Caucho. Por la oportunidad brindada en este proyecto y sus aportes en este.

Ing. Cecilia Sabina Páez Abedanck – Universidad Simón Bolívar. Por valiosa ayuda y apoyo durante su estadía de pasantía en el ICIPC.

Ing. Juan Carlos Posada - Instituto de Capacitación e Investigación del Plástico y del Caucho. Por colaboración en las pruebas de inyección.

Dr. C.Q. Juan Diego Sierra - Instituto de Capacitación e Investigación del Plástico y del Caucho. Por sus ideas, aportes y apoyo en la obtención de compuestos en la extrusora doblehusillo.

Ph. D. Iván Darío López Gómez por sus revisiones detalladas del documento de la tesis.

Ing. Elkin Cardona. - Instituto de Capacitación e Investigación del Plástico y del Caucho. Por ayuda para la obtención de los compuestos en la extrusora doble husillo.

Ing. Jorge Villegas. - Instituto de Capacitación e Investigación del Plástico y del Caucho. Por siempre estar pendiente en que colaborarme.

Ing. Miguel Angel Blanco y su grupo de colaboradores en el laboratorio, por estar siempre prestos a brindarme su colaboración, especialmente Juan Carlos Gallego por su diligencia en los ensayos de laboratorio y ayuda en los diferentes problemas que tuve para el desarrollo normal de los ensayos.

Igualmente debo extender los agradecimientos a COLCIENCIAS por la financiación del proyecto “Desarrollo de espumas estructurales de Policarbonato con una morfología optimizada y reproducible mediante el uso de cargas como agente de siembra y un gas espumante”, propuesta de investigación del Instituto de Capacitación e Investigación del Plástico y del Caucho, aprobada en la convocatoria nacional para el concurso de proyectos de desarrollo científico y tecnológico del año 2007 y del cual hace parte el presente trabajo.

Tabla de contenido

1	RESUMEN	12
2	JUSTIFICACIÓN.....	15
3	OBJETIVOS.	18
3.1	OBJETIVO GENERAL.....	18
3.2	OBJETIVOS ESPECÍFICOS.	18
4	CONCEPTOS BÁSICOS.	19
5	ESTADO DEL ARTE.	21
5.1	ESPUMADO POR INYECCIÓN.....	21
5.1.1	Agentes espumantes.	22
5.1.2	Técnicas de preparación del compuesto gas-polímero.....	23
5.2	AGENTES NUCLEANTES.....	27
5.3	TECNOLOGÍAS COMPLEMENTARIAS PARA OPTIMIZAR EL PROCESO DE ESPUMADO POR INYECCIÓN.....	28
5.4	PROPIEDADES MECÁNICAS OBTENIDAS EN PIEZAS ESPUMADAS POR INYECCIÓN.....	30
5.5	MÉTODOS PARA LA MEDICIÓN DE LAS MORFOLOGÍAS DE PIEZAS ESPUMADAS.....	32
6	RESULTADOS Y DISCUSIÓN.....	33
6.1	PREPARACIÓN DEL COMPUESTO.....	36
6.2	INCORPORACIÓN DEL AGENTE ESPUMANTE EN ESTADO SÓLIDO.....	36
6.2.1	Validación de la incorporación del agente espumante en el Policarbonato	41
6.3	PLASTIFICACIÓN Y DISPERSIÓN DEL AGENTE ESPUMANTE EN ESTADO FUNDIDO	42
6.4	EVALUACIÓN DE LA INYECCIÓN Y DESEMPEÑO MECÁNICO DEL ESPUMADO.....	45
6.4.1	Desempeño mecánico de las piezas del molde de probetas de tensión.....	48
6.4.2	Desempeño mecánico de las piezas del molde de probetas de impacto.	57
6.4.1	Validación de propiedades de impacto de las piezas espumadas.....	80
7	CONCLUSIONES Y RECOMENDACIONES.....	82
7.1	CONCLUSIONES.....	82
7.1.1	Conclusiones generales.....	82
7.1.2	Conclusiones proceso absorción y desorción de CO ₂	82
7.1.3	Conclusiones obtención compuesto PC + agente nucleante.	83
7.1.4	Conclusiones proceso de inyección y propiedades pieza espumada.....	83
7.2	RECOMENDACIONES DE LA TECNOLOGÍA DE ESPUMADO PROPUESTA.....	84
8	LISTA DE SÍMBOLOS Y ABREVIATURAS.....	86

9	BIBLIOGRAFÍA.....	87
10	ANEXOS.	90
10.1	MATERIALES EMPLEADOS EN EL ESPUMADO.....	90
10.1.1	Material plástico.....	90
10.1.2	Agente espumante.....	90
10.1.3	Agente Nucleante.....	91
10.2	EQUIPOS EMPLEADOS EN EL ESPUMADO.....	91
10.2.1	Extrusora doblehusillo.....	91
10.2.2	Recipiente a presión para la absorción del CO ₂	91
10.2.3	Inyectora.....	92
10.2.1	Moldes de inyección.....	93
10.2.1	Otros equipos.....	94
10.3	DETERMINACIÓN DE LA CONCENTRACIÓN DE CO ₂ EN EL POLICARBONATO.....	95

ÍNDICE DE FIGURAS

Figura 1. (a) Estructura celular cerrada y (b) estructura celular cerrada.	20
Figura 2. Proceso Mucell®.....	24
Figura 3. Proceso Optifoam®.....	24
Figura 4. Efecto del tamaño de partícula en la morfología de la pieza espumada.	28
Figura 5. Defecto superficial del espumado por inyección.	28
Figura 6. Proceso de inyección por espumado empleando gas de contrapresión.	29
Figura 7. Efecto del tamaño de celda en las propiedades mecánicas.	30
Figura 8. Comparación de resistencias al impacto de piezas compactas con piezas espumadas usando la tecnología de gas contrapresión.....	31
Figura 9. Proceso de espumado propuesto.	34
Figura 10. Fases del proceso experimental realizado.....	35
Figura 11. Curvas de desorción de CO ₂ en el Policarbonato con nanocargas y sin nanocargas.	39
Figura 12. Concentración de CO ₂ en una geometría de Pellet a diferentes condiciones de absorción y desorción.	40
Figura 13. Curvas de desorción de CO ₂ en Policarbonato (curva desorción IKV [16]).....	41
Figura 14. Curvas de desorción de CO ₂ en Policarbonato (curva desorción IKV [16]y curvas de desorción ICIPC superpuestas).	42
Figura 15. Efecto de la contrapresión en el grado de espumado de la pieza inyectada.	44
Figura 16. Diagrama del avance del frente de flujo en el espumado por inyección.	46
Figura 17. Placa inyectada a una velocidad de inyección constante.	46
Figura 18. Placa inyectada con un perfil de velocidad programado en la inyectora (Ver numeral 10.2.3).....	47
Figura 19. Perfil de inyección programado para el molde de tensión.....	48
Figura 20. Perfil de inyección programado para el molde de impacto.	48
Figura 21. Resistencia a la tensión y densidad de material – velocidad inyección alta – 2.3% de CO ₂ y temperatura de molde de 85°C.	49
Figura 22. Morfologías – velocidad inyección alta – 2.3% de CO ₂ y temperatura de molde de 85°C.....	50
Figura 23. Resistencia a la tensión y densidad de material – velocidad inyección alta – 2% de CO ₂ y temperatura de molde de 85°C.....	51
Figura 24. Morfologías – velocidad inyección alta – 2% de CO ₂ y temperatura de molde de 85°C.....	52
Figura 25. Resistencia a la tensión y densidad de material – velocidad inyección alta – 2.8% de CO ₂ y temperatura de molde de 85°C.	53
Figura 26. Morfologías – velocidad inyección alta – 2.8% de CO ₂ y temperatura de molde de 85°C.....	54
Figura 27. Resistencia a la tensión y densidad de material – velocidad inyección baja – 2.3% de CO ₂ y temperatura de molde de 85°C.	55

Figura 28. Morfologías – velocidad inyección baja – 2.3% de CO ₂ y temperatura de molde de 85°C.....	56
Figura 29. Zona evaluada en la pieza para los ensayos de morfología.....	58
Figura 30. Variación de la morfología de espuma con la velocidad de inyección y la temperatura de molde a un 2% de CO ₂	59
Figura 31. Variación de la morfología de espuma con la velocidad de inyección y la temperatura de molde a un 2.3% de CO ₂	60
Figura 32. Variación de la morfología de espuma con la velocidad de inyección y la temperatura de molde a un 2.8% de CO ₂	61
Figura 33. Tendencia de la resistencia al impacto con las condiciones de proceso y la densidad final de espuma.....	63
Figura 34. Tendencia de la resistencia al impacto con las condiciones de proceso y el espesor de piel no espumado.....	64
Figura 35. Tendencia de la resistencia al impacto con las condiciones de proceso y la densidad final del material.....	66
Figura 36. Variación de la morfología de espuma con el porcentaje de nanocarga y la velocidad de inyección a 2% CO ₂ y temperatura de molde 65°C.....	67
Figura 37. Variación de la morfología de espuma con el porcentaje de nanocarga y la velocidad de inyección a 2% CO ₂ y temperatura de molde 85°C.....	68
Figura 38. Variación de la morfología de espuma con el porcentaje de nanocarga y la velocidad de inyección a 2.3% CO ₂ y temperatura de molde 65°C.....	69
Figura 39. Variación de la morfología de espuma con el porcentaje de nanocarga y la velocidad de inyección a 2.3% CO ₂ y temperatura de molde 85°C.....	70
Figura 40. Variación de la morfología de espuma con el porcentaje de nanocarga y la velocidad de inyección a 2.8% CO ₂ y temperatura de molde 65°C.....	71
Figura 41. Variación de la morfología de espuma con el porcentaje de nanocarga y la velocidad de inyección a 2.8% CO ₂ y temperatura de molde 85°C.....	72
Figura 42. Tendencia de la resistencia al impacto con las condiciones de proceso y la densidad de espuma para piezas inyectadas con y sin nanocargas.....	73
Figura 43. Tendencia de la resistencia al impacto con las condiciones de proceso y el espesor de capa no espumado para piezas inyectadas con y sin nanocargas.....	74
Figura 44. Tendencia de la resistencia al impacto con las condiciones de proceso y el espesor de capa no espumado para piezas inyectadas con y sin nanocargas.....	75
Figura 45. Coeficiente de variación de la resistencia al impacto piezas espumadas sin nanocarga.....	77
Figura 46. Coeficiente de variación de la resistencia al impacto piezas espumadas con nanocarga.....	77
Figura 47. Coeficiente de variación de la densidad de material en piezas espumadas sin nanocarga.....	78
Figura 48. Coeficiente de variación de la densidad de material en piezas espumadas con nanocarga.....	78
Figura 49. Comparativo proceso del proyecto (absorción directa en gránulos SD) vs Proceso Mucell + Gas contrapresión (M-GCP).....	81

Figura 50. Ficha técnica del agente nucleante Aerosil.....	91
Figura 51. Recipiente de absorción y desorción del ICIPC (a) válvula de llenado, (b) válvula de descarga, (c) válvula de seguridad, (d) manómetro y (e) pipeta de CO ₂	92
Figura 52. Inyectora del ICIPC.	93
Figura 53. Molde de inyección de placas prototipo.	93
Figura 54. Molde e insertos intercambiables de probetas de tensión tipo I según norma ASTM D638 e impacto DIN EN ISO 179 tipo 1EA.....	94
Figura 55. Volumen de control y canastillas perforadas para almacenar PC sometido al agente espumante CO ₂	96

ÍNDICE DE TABLAS

Tabla 1. Condiciones de ensayo de tensión bajo norma ASTM D 638.....	50
Tabla 2. Relaciones de resistencia a la tensión/densidad mayores obtenidas.	57
Tabla 3. Condiciones de ensayo charpy bajo la norma ISO 179.....	58
Tabla 4. Relaciones de impacto charpy/densidad mayores obtenidas.....	76
Tabla 5. Piezas espumadas a porcentajes de CO ₂ inferiores al 2%.	79
Tabla 6. Propiedades del PC Makrolon 2407 [47]	90
Tabla 7. Condiciones de secado del PC[48]	90
Tabla 8. Extrusora doble husillo[51] empleada para obtener la mezcla de Policarbonato más agente nucleante.....	91
Tabla 9. Extrusora doble husillo[51] Condiciones de proceso empleadas para lograr la mezcla PC + agente nucleante.....	91

1 RESUMEN

El presente trabajo aborda el desarrollo experimental para obtener piezas inyectadas espumadas en policarbonato (ver anexo 10.1.1), con características de alta densidad de espuma, mediante la incorporación de agentes nucleantes, tales como cargas inorgánicas y/o nanocargas. Con lo anterior, se busca implementar un proceso alternativo de espumado por inyección, el cual sea más económico que los procesos comerciales, los cuales requieren una gran inversión en equipos.

Se comenzó con un estudio del estado del arte del espumado por el proceso de inyección, para identificar las diferentes metodologías y tecnologías existentes. Con este estudio, se determinaron el tipo de agentes espumantes y nucleantes que pueden ser empleados como agentes de siembra, para estimular el crecimiento de celdas durante el proceso de inyección y obtener así piezas de alta densidad de espuma. Igualmente, se determinaron las condiciones de proceso de inyección, que favorecen el espumado de las piezas, así como otros procesos previos a la inyección, tales como la preparación del material, el cual implica la incorporación de cargas (agentes nucleantes) y el agente espumante.

Para la incorporación de las cargas o agentes nucleantes en el material de policarbonato, se empleó una extrusora doble husillo (ver anexo 10.2.1 Extrusora doblehusillo.), con la cual es posible obtener la concentración requerida de carga en el Policarbonato con una adecuada dispersión. Como agente nucleante, se evaluaron nanocargas de SiO_2 (ver anexo 10.1.3 Agente Nucleante.) de tamaño promedio 16 nm.

Posteriormente, se implementó y optimizó el proceso de absorción de agente espumante, en donde las variables del proceso evaluadas (presión y tiempo de absorción), permitieron obtener una adecuada retención del agente físico espumante en el Policarbonato (material gránulos – pellets) y en el agente nucleante, de tal forma, que la velocidad de desorción del agente físico espumante de los pellets de Policarbonato fuera lo suficientemente lenta, para permitir el posterior proceso de inyección del Policarbonato en una ventana de proceso y

tiempo amplia. Se hizo el diseño y fabricación de un recipiente a presión (ver anexo 10.2.2 Recipiente a presión para la absorción del CO_2 .), para la absorción directa del agente espumante en los gránulos de Policarbonato. Como agente físico espumante se empleó el CO_2 (ver anexo 10.1.2), que permite una rápida difusión en la matriz polimérica de policarbonato en estado sólido (Pellets).

En el proceso de inyección, se evaluaron diferentes condiciones de proceso para tres moldes con geometrías diferentes (ver anexo 10.2.1 Moldes de inyección.). Los moldes de inyección empleados fueron un molde de probetas de impacto, un molde de probetas de tensión y un molde prototipo que se puede adecuar para inyectar diferentes espesores y restricciones en los puntos de inyección. Las variables de proceso evaluadas fueron velocidad de inyección, temperatura de molde y porcentaje de agente espumante (CO_2).

A través de la evaluación de las condiciones de proceso de cada molde de inyección, se encontró la importancia de considerar el volumen de inyección, así como la correcta definición de la contrapresión en la unidad de plastificación. La contrapresión fue una variable clave para permitir una adecuada mezcla del CO_2 en la masa fundida, de tal forma que fuera posible obtener una solución única de la matriz polimérica fundida con el CO_2 , proveniente de los pellets de policarbonato acondicionados previamente en el recipiente de alta presión.

Establecidas las condiciones del proceso de inyección que favorecen el espumado, se prosiguió a inyectar espumas con el agente nucleante, lo cual permitió mejorar la morfología de las espumas (tamaño de celda pequeño y densidad de celda alto). Las morfologías se verificaron mediante análisis de microscopía. Adicionalmente, se midió la densidad del material de las piezas inyectadas espumadas. Con este valor es posible obtener una densidad relativa con respecto al material compacto sin espuma.

Los procesos de absorción-desorción de CO_2 , inyección y evaluación de propiedades se hicieron de igual forma con piezas inyectadas espumadas sin agentes nucleantes. De esta

forma, se tuvo un comparativo entre material compacto y material espumado (con y sin agente nucleante).

Adicionalmente al alcance definido inicialmente en este proyecto, se realizaron mediciones de propiedades de resistencia al impacto y tensión, para estudiar la relación de la morfología de espuma y la densidad final del material en estas propiedades.

2 JUSTIFICACIÓN

Debido a la globalización de los mercados, la industria del plástico requiere cada día ser más competitiva desde el punto de vista de innovación, calidad y precio. Para tal fin, es necesario disminuir el costo de los productos sin detrimento de la calidad. Las espumas son una buena alternativa para este propósito, debido a que esta tecnología implica un menor consumo de resina, permitiendo obtener piezas más livianas con buenas propiedades mecánicas y de aislamiento (térmico y acústico). De igual forma, se obtienen beneficios en el procesamiento, tales como reducciones de tiempos de ciclo, de presión de inyección y de fuerza de cierre, que se traducen en menores costos de producción.

El proceso de espumado ha sido utilizado hace más de dos décadas, especialmente en el procesamiento de espumas de poliestireno y de poliuretano. Sin embargo, debido a la introducción de nuevas tecnologías, de nuevos agentes espumantes y del espumado de materiales de ingeniería, este proceso ha venido ganando mercado en productos para el sector automotriz, equipos eléctricos y electrónicos y aplicaciones industriales. El espumado ha sido especialmente atractivo en el sector automotriz, para disminuir el peso de los vehículos y ahorrar combustible.

Existen diversos procesos industriales para la obtención de espumas, mediante agentes espumantes químicos, físicos o la mezcla de ambos. Entre los procesos de espumado por inyección comerciales, los más utilizados son el MuCell® de Trexel y el Optifoam, desarrollado por el IKV y comercializado por Sulzer Chemtec, como se detalla en el Estado del Arte. Ambos procesos utilizan agentes espumantes físicos, tales como CO₂ o N₂. Estos procesos requieren la implementación de equipos especiales de alto costo, lo cual dificulta su implementación en el mercado colombiano. Otra posibilidad tecnológica, que apenas se ha empezado a estudiar en los últimos años, es la técnica de incorporación directa del agente físico espumante (p.e. CO₂, N₂, entre otros) en la resina plástica, la cual puede ser implementada en máquinas convencionales de inyección. Este último proceso será el

foco de la presente investigación, ya que no requiere las altas inversiones de los procesos comerciales. Adicionalmente, el presente trabajo estudia el efecto de la concentración del agente espumante sobre la morfología y las propiedades mecánicas de la partes espumada, con lo cual se busca contribuir a la solución de una de las grandes dificultades de las tecnologías de espumado por inyección, la cual consiste en obtener morfologías reproducibles y de buena calidad en las celdas del espumado, especialmente en el proceso de absorción directa de la resina con agente físico.

Muchas son las investigaciones que se han realizado alrededor del espumado, sus ventajas, cómo se afecta la morfología de las celdas y las propiedades mecánicas por las condiciones de proceso , muchas de ellas con énfasis en los procesos de inyección MuCell® [1] [2] [3] [4] y Optifoam® [5] [6], la absorción directa de la resina o de las piezas [7] [8] [9]; especialmente en materiales tales como Poliestireno, PMMA (acrílico), Poliolefinas, Poliuretanos y Policarbonato. Igualmente, existen investigaciones en las cuales se han utilizado nanocargas para obtener morfología de celdas más uniforme que sirven como nucleantes y puntos de siembra para el crecimiento de las celdas [10] [11] [12] [13] [14] [15] , allí se reporta una mayor uniformidad y densidad de celdas en el espesor, pero se hace una pobre evaluación de la uniformidad a lo largo del recorrido de flujo.

El instituto IKV (Institute of Plastics Processing at RWTH Aachen, Alemania)[16] ha desarrollado una investigación para determinar las propiedades mecánicas de las espumas de Policarbonato, fabricadas por el proceso de incorporación directa del agente espumante en la resina. En este caso a diferencia del método de absorción directa en la resina o pieza empleado usualmente por otros investigadores [7] [8] [9], la espuma no se logra por un proceso de descompresión e incremento de temperatura, sino que la resina con el agente espumante absorbido, se inyecta posteriormente para producir la pieza espumada, permitiendo de esta forma un proceso que puede llevarse a escala industrial .El alcance de estos estudios ha logrado un espumado satisfactorio en un tipo específico de pieza y empleando cargas nucleantes como talcos. Se han evaluado condiciones de proceso,

medido propiedades de densidad, morfología, contracción y propiedades mecánicas a la tracción. El propósito del presente trabajo, es implementar este proceso de incorporación directa del agente espumante en la resina plástica, con estudios paralelos a los realizados en el IKV de Alemania, tales como el uso de diferentes agentes nucleantes, diferentes configuraciones de moldes (ver anexo 10.2.1Moldes de inyección.), condiciones de proceso en la absorción del CO₂ en la matriz del polímero y evaluar propiedades mecánicas no consideradas en los trabajos previos, como es el caso de la resistencia al impacto.

3 OBJETIVOS.

3.1 OBJETIVO GENERAL.

Implementar un proceso alternativo de espumado por inyección de Policarbonato, que requiere menores inversiones de capital que las tecnologías comerciales existentes, el cual incorpora directamente el agente espumante en la resina y emplea agentes nucleantes (cargas inorgánicas).

3.2 OBJETIVOS ESPECÍFICOS.

- Implementar un proceso de espumado físico, con una absorción del gas en el Policarbonato (PC) con o sin agente nucleante de naturaleza inorgánica (CaCO_3 , talco, TiO_2 o SiO_2) en un recipiente a presión.
- Determinar las condiciones de proceso para lograr un crecimiento reproducible y optimizado de las celdas, alrededor de los puntos nucleantes o de siembra, en un espumado físico de Policarbonato (PC).
- Estudiar el efecto de la morfología, la concentración y distribución del agente nucleante en la estructura de la espuma.

4 CONCEPTOS BÁSICOS.

A través del espumado por inyección, se puede lograr hasta el 50% de reducción en peso, con lo que se podría alcanzar una reducción de hasta un 35% en costo. Lo anterior tiene especial importancia cuando se trata de producir piezas gruesas o de gran tamaño. La idea básica es colocar pequeñas celdas en el polímero, de tal forma que se obtiene una estructura tipo sánduche de núcleo espumado y piel compacta, para reducir la cantidad de material utilizado en cada parte, sin sacrificar su dureza. Inclusive, se ha pensado que puede mejorarse la rigidez del material controlando la morfología de la espuma, basándose en la teoría de que las celdas actúan como puntos de absorción de energía, además de impedir la propagación de fallas o grietas [17].

Se conoce por celdas o burbujas, a los espacios dentro de la matriz polimérica ocupados por el gas. Según el diámetro promedio de dichas celdas existe una primera clasificación de las espumas plásticas. Las espumas microcelulares son aquellos plásticos espumados en los que el diámetro promedio de celda es menor a $30\mu\text{m}$. Además del tamaño de celda, otra propiedad importante que determina el comportamiento de la pieza espumada es la densidad de celda o espuma, la cual se define como el número de celdas por centímetro cúbico de la pieza sólida, y se diferencia de la densidad, porque este último concepto se refiere a la gravedad específica del material espumado [18].

La densidad de espuma es una propiedad sumamente importante, ya que usualmente las propiedades mecánicas de la pieza espumada son proporcionales a la densidad de celda de la estructura. En general, las propiedades mecánicas de una pieza espumada son menores que las piezas hechas del material compacto, debido a la menor densidad de las piezas del primer tipo. Sin embargo, es posible alcanzar una reducción aceptable en las propiedades mecánicas, frente a una gran reducción en el peso de la pieza [19].

Si en la estructura celular el gas queda contenido estrictamente dentro de las celdas, se dice que la espuma tiene una estructura de tipo cerrada (Figura 1 (a)), mientras que si el gas y la matriz polimérica forman un continuo y las celdas están interconectadas entre sí, se habla de una estructura abierta [20] (Figura 1(b)). Las espumas también pueden ser rígidas o flexibles. En su mayoría, las espumas de celda cerrada son rígidas, y las de celda abierta son generalmente flexibles [19].

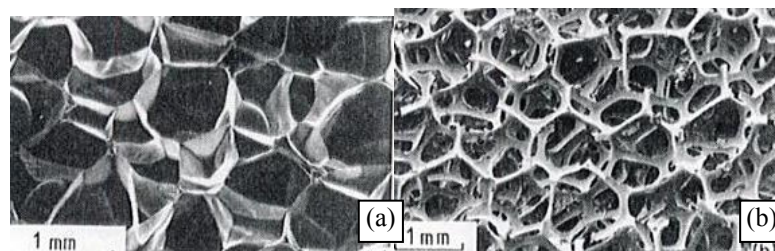


Figura 1. (a) Estructura celular cerrada y (b) estructura celular cerrada. Tomado y modificado de [20].

5 ESTADO DEL ARTE.

5.1 ESPUMADO POR INYECCIÓN.

El desarrollo del proceso de espumado por inyección y de los productos obtenidos con él ha venido en auge en el ámbito de procesamiento de plásticos, debido a los beneficios que ofrece este método, particularmente en lo que se refiere a la mejora de algunas propiedades mecánicas. Se conoce que las propiedades mecánicas de las piezas espumadas moldeadas por inyección dependen en gran medida de la estructura celular alcanzada, densidad de celdas, y espesor de la piel. Igualmente, se conoce que las variables del proceso de inyección y las variables del proceso de absorción del agente espumante influyen sobre las propiedades de la pieza inyectada. El problema radica en la dificultad de poder controlar las características de la celda variando los parámetros de proceso.

De acuerdo a John W. S. Lee [21], la velocidad de inyección permite obtener el nivel de caída de presión requerido en la cavidad para activar el proceso de nucleación y crecimiento de celdas. La temperatura de molde tiene influencia directa sobre el espesor de capa solidificada en la pieza inyectada, en comparación con el núcleo espumado que se logra en el centro de la pieza y sobre el tiempo que tienen las celdas para expandirse y crecer [1]. De igual forma se afecta la presión de inyección en la cavidad al tener una sección libre de flujo (núcleo fundido) menor o mayor durante el llenado de la cavidad, lo cual tiene incidencia directa en la caída de presión. Adicionalmente, algunos investigadores han encontrado que la temperatura de molde tiene influencia en la propiedades mecánicas de las piezas espumadas, tales como la resistencia al impacto y tensión [1].

El porcentaje de agente espumante (CO_2) permite controlar el nivel de espumado en la pieza inyectada. Acorde con los resultados publicados por Bledzki et al [22] , al aumentar el contenido de CO_2 del material inyectado, se obtiene una mayor cantidad de celdas de menor tamaño, debido a que una mayor concentración de CO_2 en el momento de la inyección promueve la aparición de una mayor cantidad de puntos de nucleación de celdas, las cuales al comenzar a expandirse limitan su crecimiento unas con otras obteniéndose una mayor

densidad de celdas con un menor diámetro. De otro lado, la presencia del agente espumante puede tener un efecto en la reducción de la viscosidad, que finalmente permite una reducción en la caída de presión y fuerza de cierre requerida para la inyección de la pieza [23]. El nivel de temperatura de masa fundida afecta la viscosidad del material y por lo tanto la presión de inyección. Adicionalmente, el nivel de temperatura afecta el tiempo de enfriamiento con lo cual se afecta el crecimiento de las celdas durante la nucleación. . También se han encontrado estudios donde el nivel de temperatura de masa fundida tiene influencia en las propiedades mecánicas de la pieza espumada inyectada [2].

5.1.1 Agentes espumantes.

El primer paso en el proceso de espumado por inyección consiste en la formación de la solución gas-polímero. Se pueden diferenciar dos clases de procesos, según el tipo de agente de espumado químico o físico utilizado. El primero, y más comúnmente utilizado, implica el uso de un agente espumante químico inestable termodinámicamente, el cual se descompone durante el procesamiento, liberando algún gas como producto de la descomposición. El proceso de descomposición ocurre en el rango de temperaturas de procesamiento. Es importante conocer de antemano el rango de temperatura de descomposición del agente espumante químico, ya que éste debe coincidir con el rango de temperatura empleado en la transformación del material polimérico y se debe garantizar que dicho rango de temperaturas sea estrecho, con el fin de que la descomposición no se inicie de forma prematura.

Por lo general, la descomposición del agente espumante químico es irreversible y el proceso puede ser endotérmico o exotérmico. Los procesos endotérmicos contribuyen al enfriamiento de la pieza inyectada, mientras que los exotérmicos, además de retardar el enfriamiento de la pieza, podrían degradar el material polimérico si el calor que liberan en la reacción de descomposición es excesivo.

Según Reverchon y Cardea [7], la mayor desventaja del uso de agentes espumantes de tipo químico, es que muchas de las sustancias químicas empleadas producen residuos sólidos o líquidos que quedan inmersos en la matriz polimérica, y pueden tener efectos adversos sobre

la estabilidad térmica de la pieza espumada o afectar negativamente sus propiedades mecánicas.

Con el fin de superar estos inconvenientes, se introduce el uso de agentes espumantes físicos. Los agentes espumantes físicos, por el hecho de no generar residuos sólidos, ni sustancias indeseadas como producto de reacción, tienen un campo de aplicación mucho más amplio, incluyendo empaques de alimentos y aplicaciones médicas. Además, Michaeli y Habibi-Naini [5] han encontrado que los agentes espumantes de tipo físico ofrecen un mayor grado de espumado y una menor densidad en la pieza final. En general, los agentes espumantes físicos son gases. Entre los más comúnmente utilizados como agentes espumantes físicos se encuentran el N_2 y el CO_2 . También pueden utilizarse líquidos volátiles con un bajo punto de ebullición.

Si bien el nitrógeno es un agente espumante más efectivo (espumado más fino), con el dióxido de carbono se puede alcanzar un mayor efecto en la reducción en la viscosidad del polímero (menores requerimientos de presión de inyección y fuerza de cierre) y al no ser un agente de espumado tan agresivo, se reducen los problemas de defectos superficiales en las piezas inyectadas [23]. Por lo tanto, es más adecuado trabajar con un agente espumante como el CO_2 , donde el grado del espumado se puede controlar por condiciones de proceso. De esta forma, se pueden reducir los posibles defectos superficiales anteriormente mencionados.

5.1.2 Técnicas de preparación del compuesto gas-polímero.

Dada la importancia de la homogeneidad de la mezcla gas-polímero, resaltada por Schlummer y Habibi-Naini [6], la técnica utilizada para obtener la mezcla debe considerarse. Existen dos técnicas principales para obtener esta mezcla: el espumado en estado fundido y el espumado en estado sólido. La primera se basa en la incorporación del agente espumante físico a la matriz polimérica cuando ésta se encuentra en estado fundido. Schlummer y Habibi-Naini [6] indican que MuCell® de Trexel y Optifoam® desarrollado por el IKV y comercializado por Sulzer Chemtec, son patentes que utilizan este principio para obtener una

mezcla homogénea entre el plástico y el gas en la unidad de plastificación de la inyectora. En la Figura 2 y en la

Figura 3 se presentan esquemas de las patentes mencionadas.

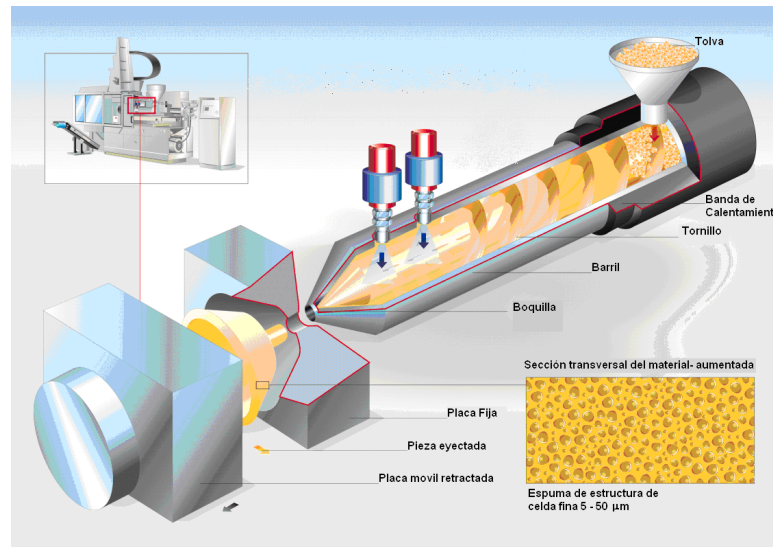


Figura 2. Proceso Mucell®.
Tomado y modificado de [24].

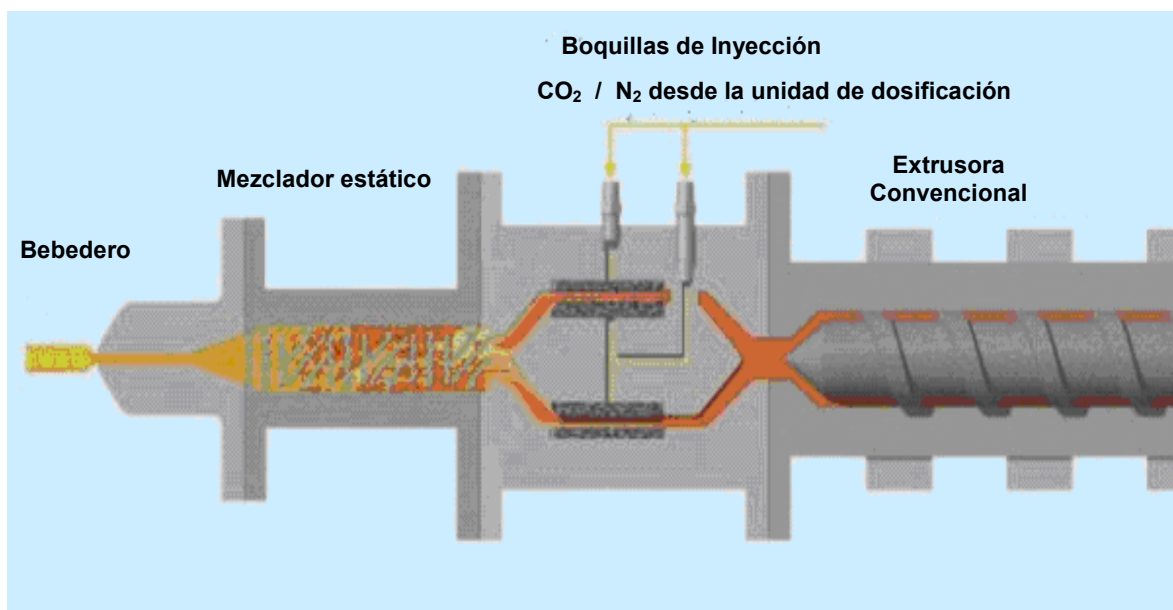


Figura 3. Proceso Optifoam®.

Tomado y modificado de ^[25].

La otra opción, es realizar la mezcla en estado sólido. En esta técnica el polímero se almacena en un recipiente en estado sólido, ya sea en gránulos (pellets) o piezas moldeadas previamente, en donde son impregnados con un gas inerte. El proceso de absorción se lleva a cabo en un recipiente cerrado, el cual se somete a una alta presión y a una temperatura determinada, por un tiempo específico, conocido como tiempo de absorción, hasta que el polímero alcance la concentración uniforme de gas deseada. Estas condiciones determinan la absorción, y junto con el porcentaje de gas absorbido, son variables determinantes de las características espumado final. Por ejemplo, Lin et al [26] asevera que el número de sitios de nucleación depende de la concentración del gas en la matriz polimérica, es decir, de la cantidad de gas absorbida por el polímero.

Kumar y Weller [27] describen un proceso de absorción cuya primera etapa coincide con la descripción que se acaba de hacer del proceso. También hacen la salvedad de que si se combina una alta presión con una alta temperatura, el gas puede alcanzar condiciones de estado supercrítico lo cual puede favorecer el proceso de absorción.

Lee et al [21] afirman que el proceso de espumado se inicia con una inestabilidad termodinámica, que reduce la solubilidad del gas en el polímero y produce su expansión. La segunda etapa en el proceso de absorción que describen Kumar y Weller [27], se refiere a la forma en la que se obtiene la espuma. En su trabajo, utilizan un baño de glicerina caliente en el que introducen el PC saturado con el CO₂, para propiciar el espumado del polímero, moldeado previamente en láminas. En este caso y en las investigaciones realizadas por Reverchon y Cardea [7], y Rachtanapun et al [9], el cambio brusco de la temperatura, genera una inestabilidad termodinámica, que inicia la nucleación y el crecimiento de las celdas en estado sólido. En el caso del espumado en estado fundido, es más común encontrar el uso de una alta caída de presión como iniciador del espumado. Los trabajos de Xu y Pierick [28] y Chandra et al [12] son ejemplos de estudios que utilizan las altas caídas de presión que se registran en la cavidad del molde durante el proceso de inyección como iniciador del espumado.

Cabe destacar que en el presente trabajo se realiza un proceso híbrido para obtener el espumado, tal como lo realiza en su investigación Flórez [16]. En este caso, se realiza un proceso de absorción del material granulado (pellets) con CO_2 , posteriormente los pellets con el agente espumante incorporado una vez se estabiliza su concentración, son llevados a la máquina inyectora para inyectar las piezas espumadas. A diferencia del espumado en estado sólido planteado por Kumar y Weller [27], no se espuma una pieza moldeada previamente, sino que a los gránulos de material (pellets) se les incorpora el agente espumante con un procedimiento similar, pero son procesados luego en una inyectora para obtener la pieza espumada. Con respecto al espumado en estado fundido en el método propuesto, los pellets ya tienen incorporados el agente espumante, por tanto no se requiere inyectar el agente espumante (CO_2 , N_2 , etc) a la masa fundida en la unidad de plastificación, tal como se realiza con los procesos MuCell® y Optifoam.

Hasta donde se conoce, el único trabajo reportado sobre la técnica alternativa de espumado utilizada en la presente investigación es el realizado por Flórez en su tesis doctoral [16]. La presente investigación se diferencia con lo encontrado en el estado del arte en los siguientes aspectos:

- El proceso de absorción de CO_2 se realiza con un agente nucleante diferente de tamaño nanométrico (SiO_2).
- Se redujeron los tiempos de absorción de CO_2 con el mismo comportamiento de desorción de CO_2 y concentraciones similares a las empleadas por Flórez.
- En el proceso de plastificación y dispersión de CO_2 , se determinaron los niveles de contrapresión requeridos para cada molde empleado (ver anexo 10.2.1).
- Se evaluaron otros niveles de las condiciones de proceso y se determinó la metodología para el ajuste del volumen de inyección de cada molde.

- Se evaluó la relación entre el volumen de inyección y la capacidad de la inyectora (Ver numeral 10.2.3 Inyectora.) al considerar tres tamaños diferentes de moldes (ver anexo 10.2.1).
- Se evaluaron propiedades de impacto.

5.2 AGENTES NUCLEANTES.

Para el caso del uso de agentes inorgánicos de siembra, se han realizado investigaciones [29] donde se obtiene un alto grado de espumado en piezas inyectadas (alta densidad de espuma y tamaño promedio de celda bajo), al emplear compuestos de Policarbonato con agentes nucleantes. Para esto, es importante obtener una buena dispersión del agente nucleante en la matriz del polímero. Esto se puede lograr empleando una extrusora doble husillo, en la cual se preparan diferentes porcentajes de agentes nucleantes de siembra, para evaluar su efecto en la morfología final de la pieza espumada.

Se han realizado algunos estudios al respecto en mezclas de PC con nanocompuestos, en la Escuela de Ingeniería de Materiales Poliméricos Nanoestructurados en Japón y en el Laboratorio de Ciencia Molecular de Beijing [29]. En estos estudios se han empleado nanosílicas y otros agentes de tamaño nanométrico, en los cuales se lograron morfologías optimizadas con tamaños de celda finos y altas densidades de celda.

Se encontró en la literatura [30] que el tipo de carga y su tamaño tiene una influencia en la morfología del espumado (tamaño de celda y densidad de celda). También se evidencia, que si las cargas están correctamente dispersas en la matriz del polímero, sirven de puntos de iniciadores del proceso de nucleación, a partir de los cuales se presenta el crecimiento de burbujas o celdas.

La Figura 4, muestra cómo influye la relación del tamaño de partícula del agente de siembra en la densidad de celda de la pieza espumada.

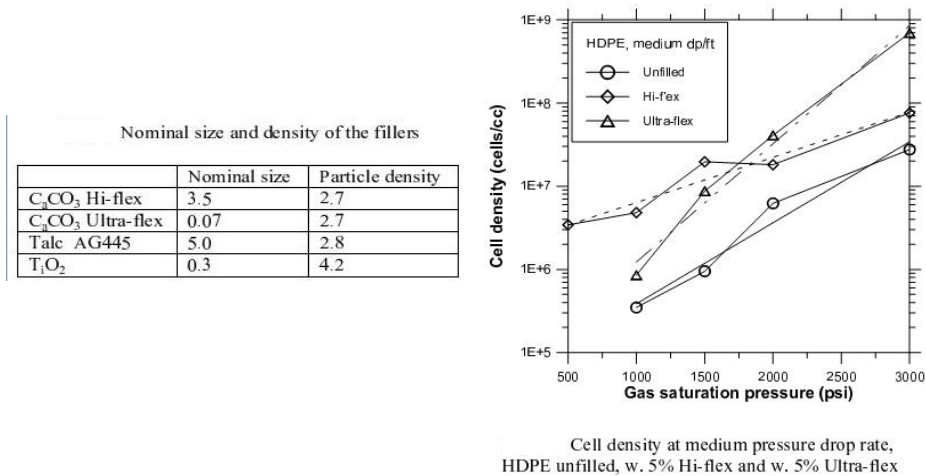


Figura 4. Efecto del tamaño de partícula en la morfología de la pieza espumada.
Tomado y modificado de [30].

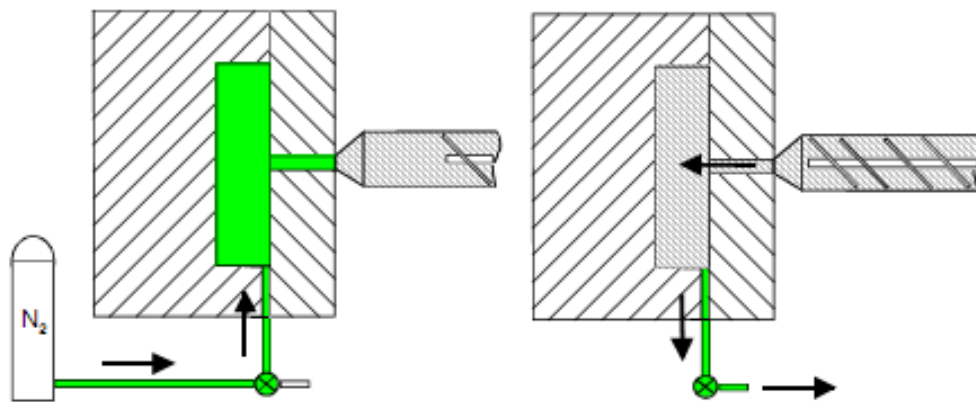
5.3 TECNOLOGÍAS COMPLEMENTARIAS PARA OPTIMIZAR EL PROCESO DE ESPUMADO POR INYECCIÓN.

En los últimos años, se han venido desarrollando algunas tecnologías complementarias al proceso de espumado por inyección, con el propósito de mejorar el espumado y la calidad superficial de las piezas inyectadas. Por las características del proceso, la superficie de la pieza inyectada espumada tiende a ser rugosa y sin brillo, ya que las celdas generadas durante la inyección tienden a salir del frente de flujo hacia las paredes del molde (ver Figura 5).



Figura 5. Defecto superficial del espumado por inyección.
Tomado y modificado de [31].

Para minimizar este defecto, se ha empleado la tecnología de gas contrapresión en la cavidad del molde [32]. Este proceso mantiene presurizada la cavidad del molde con gas, para de esta forma evitar el escape de las burbujas del interior del frente de flujo hacia las paredes del molde, durante la inyección de la solución polímero – gas. De esta forma se mejora el acabado superficial de la pieza espumada inyectada [33].



The Gas Counterpressure Process

Figura 6. Proceso de inyección por espumado empleando gas de contrapresión. Tomado y modificado de [33].

Otra tecnología que se utiliza es la de los moldes respirables o dispositivos para controlar la caída de presión en la cavidad [34]. Por este método, se controla la velocidad de pérdida de presión y su nivel, que es el principal mecanismo para activar el espumado en el molde durante la inyección. Mediante este proceso se tiene un control de pequeñas aperturas del molde durante la inyección, que permite un control de la caída de presión.

La inyección asistida por acumuladores [21] [35] tiene el mismo principio del proceso Mucell, con un par de acumuladores adicionales de la solución polímero – gas. Lo anterior permite desacoplar el proceso de inyección y la mezcla del gas espumante en la unidad de plastificación, de la inyección de la solución polímero – gas. De esta forma, las variaciones de presión durante la inyección de las cavidades no afectan el proceso de fusión y mezcla de polímero – gas en la unidad de plastificación. Adicionalmente, se pueden realizar inyecciones

a altas velocidades para favorecer la velocidad de caída de presión y permitir piezas inyectadas con un alto grado de espumado.

5.4 PROPIEDADES MECÁNICAS OBTENIDAS EN PIEZAS ESPUMADAS POR INYECCIÓN.

De acuerdo a los diferentes estudios realizados, [1] [9] [11] [15] se ha encontrado que generalmente las propiedades mecánicas se mejoran al lograr una morfología con tamaño de celda fino y una densidad de celda alta con una distribución de tamaños de celda estrecho.

En algunos casos, se obtienen propiedades que se acercan a las especificadas para la pieza compacta y con reducciones interesantes en la cantidad de material empleado. Sin embargo, es importante aclarar que las propiedades mecánicas, por ejemplo, la resistencia a la tensión o el módulo, tienden a disminuir al reducir densidad del material (g/cm^3). Lo importante en un proceso de espumado es encontrar una buena relación entre la propiedad mecánica y la densidad (g/cm^3). En la Figura 7 se ilustra este concepto para diferentes piezas espumadas.

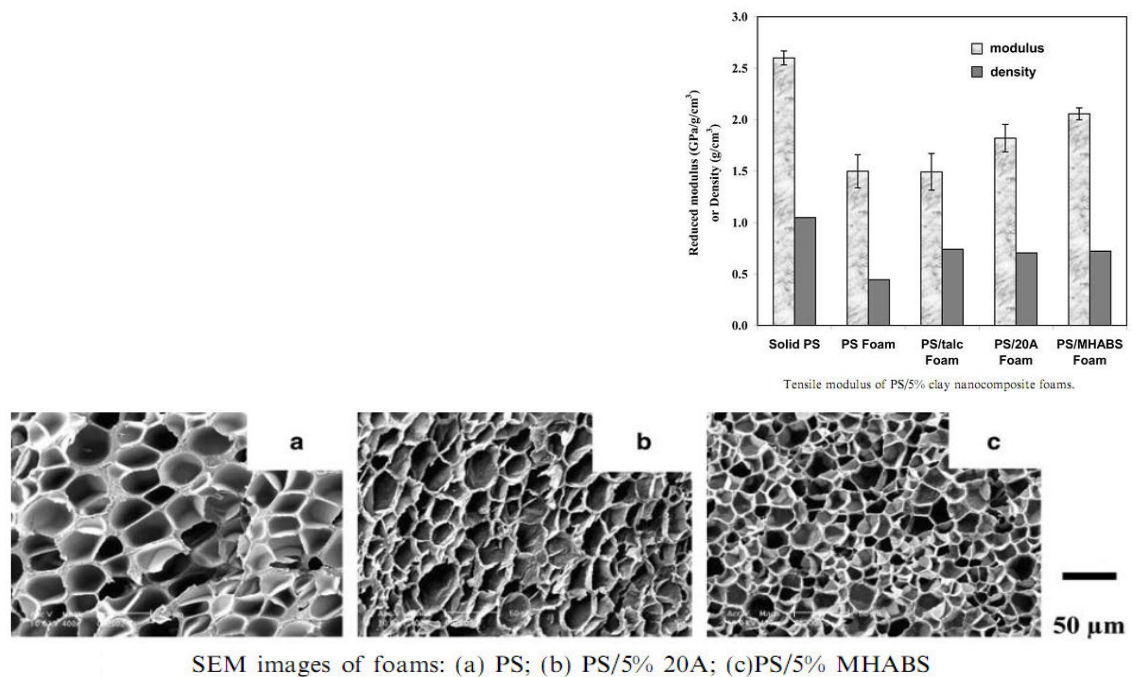


Figura 7. Efecto del tamaño de celda en las propiedades mecánicas. Tomado y modificado de [15].

Una propiedad interesante de las piezas espumadas es su capacidad de absorción de energía. Esto se debe a la capacidad de la estructura espumada de mantener la fuerza máxima por debajo del límite de falla del producto, en virtud a la absorción de la energía de impacto. Esta absorción de energía se logra por el proceso de deformación de las burbujas o celdas de la estructura espumada de forma elástica, plástica o por falla frágil [36].

En la Figura 8 se compara la resistencia al impacto de una probeta de Policarbonato maciza con respecto a piezas espumadas, usando la tecnología de gas de contrapresión en la cavidad. En este caso se tiene una excelente relación resistencia al impacto – densidad , ya que se logra un incremento en la propiedad mecánica con una reducción de la densidad del material (g/cm^3).

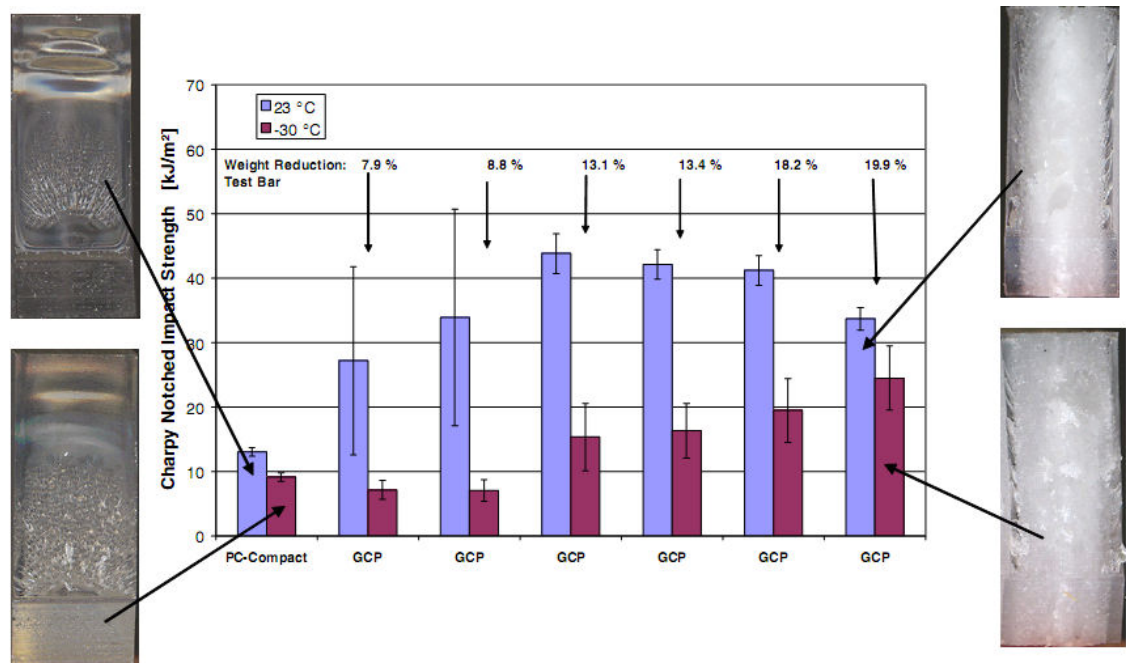


Figura 8. Comparación de resistencias al impacto de piezas compactas con piezas espumadas usando la tecnología de gas contrapresión Tomado y modificado de [2].

5.5 MÉTODOS PARA LA MEDICIÓN DE LAS MORFOLOGÍAS DE PIEZAS ESPUMADAS.

Existen diferentes métodos para determinar la morfología de las piezas plásticas espumadas, en términos de diámetro o tamaño de celda promedio y densidad de celda por unidad de volumen.

La norma ASTM 3576 – 04, [37] señala las pautas para medir morfologías. Sin embargo, no es el método más práctico, ya que requiere cortes de muestras muy delgados que se pueden dañar o fracturar fácilmente. Este método solo es recomendado para tamaños de celda mayores o iguales a 0.2 mm, rangos muy por encima de los tamaños obtenidos en el presente trabajo.

Existe otro método planteado para determinar la morfología de piezas con alto grado de espumado o alta densidad de espuma, que permite obtener valores acordes a los reportados en la literatura. Esta es la metodología que ha venido siendo usada en las investigaciones científicas de espumado de piezas plásticas.

Este método permite calcular la densidad de espumado volumétrico, a partir de la densidad de celdas en el área de corte transversal analizado. Adicionalmente, este método, de acuerdo a los estudios hechos por el Departamento de Ingeniería Química de la Universidad Laval en Canadá [38], tiene una muy buena aproximación a la densidad de celda determinada experimentalmente para el proceso de inyección. Esta metodología es la que se implementó en el presente trabajo para medir las morfologías.

Las mediciones de los tamaños promedios de celdas y la densidad de espuma, fueron determinadas por medio del uso del software de procesamiento de imágenes Image J [39].

6 RESULTADOS Y DISCUSIÓN.

Para el logro de los objetivos planteados, se planeó un desarrollo de fases que incluyen la preparación del material por inyectar (con y sin agente de carga), la incorporación del agente espumante, la adecuación del proceso de inyección para obtener la pieza espumada y la caracterización del espumado (morfología y propiedades mecánicas). Con base en este desarrollo e implementando el proceso de espumado por inyección propuesto, se encontraron las condiciones requeridas en cada fase para lograr un espumado óptimo, de acuerdo a lo encontrada en la fase de caracterización de la pieza espumada.

La Figura 9 muestra una descripción del proceso inyección propuesto en la presente investigación y consistente de las siguientes etapas:

- **Etapla 0 – Preparación del compuesto:** En esta etapa se prepara el material (ver Anexo 10.1.1) Material plástico. que se va a inyectar, realizando un proceso de secado según las recomendaciones establecidas por el fabricante de la materia prima. Para incluir el agente nucleante dentro el Policarbonato, se prepara previamente el compuesto en una extrusora doblehusillo (ver Anexo 10.2.1 Extrusora doblehusillo).
- **Etapla 1 – Incorporación del agente espumante en estado sólido:** Se incorpora el CO₂ (proceso de absorción) en el compuesto preparado en la etapa anterior, utilizando un recipiente de alta presión, similar al empleado en el proceso de espumado en estado sólido descrito por P. Rachtanapun, E. Reverchon y Jin fu [7-9]. Posteriormente, se despresuriza el recipiente con los gránulos de plástico hasta llegar a la presión atmosférica (proceso de desorción).
- **Etapla 2 – Plastificación y dispersión del agente espumante en estado fundido:** Los gránulos de material plástico con el agente espumante incorporado, son plastificados en la unidad de inyección de la máquina. Se ajustan las condiciones de proceso de plastificación, para asegurar una adecuada dispersión del agente espumante en el material

plástico en estado fundido, de tal forma que se logre una fase única entre el PC y el agente espumante.

- **Etapa 3 – Inyección de piezas y caracterización del espumado:** Tal como lo ilustra la Figura 9, se trabajó con tres geometrías. De acuerdo al tipo de molde se programan las condiciones de proceso requeridas para lograr una adecuada nucleación y espumado en la cavidad del molde. Las piezas inyectadas espumadas fueron sometidas a diferentes pruebas para determinar el grado de espumado (morfología) y propiedades mecánicas.

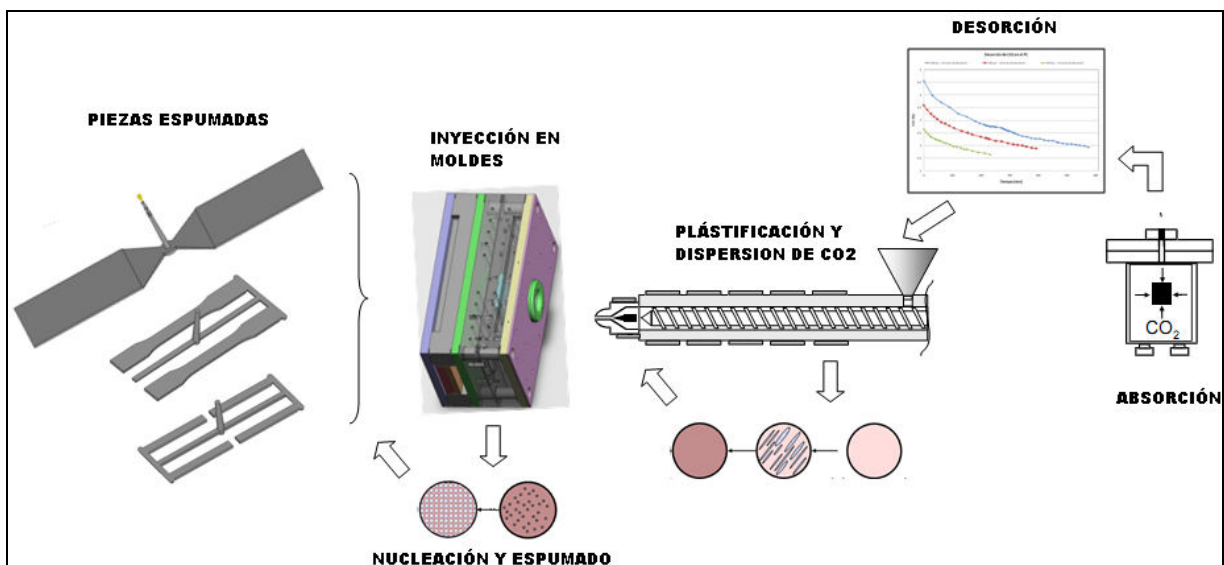


Figura 9. Proceso de espumado propuesto.
(fuente ICIPC^[31])

En la Figura 10 se ilustran las fases de desarrollo llevadas a cabo para obtener las piezas inyectadas espumadas que fueron llevadas a pruebas de morfología, densidad, resistencia a la tensión e impacto.

FASE	PROCESO	EQUIPO	CONDICIONES DE PROCESO	RESULTADO	VERIFICACIÓN
0	Preparación compuesto: PC + agente nucleante	Extrusora doble husillo	Perfil de temperatura : 250 a 275 °C Temperatura de masa : 282°C RPM : 370 Presión de masa: 280 Bar	Compuesto PC + CaCO3 al 3% Compuesto PC + CaCO3 al 5% Compuesto PC + SiO2 al 3% Compuesto PC + SiO2 al 5%	Pruebas de incineración para obtener % cenizas de 3 y 5% Curva de ganancia de
	Preparación compuesto: Secado de material o compuesto	Horno de vacío	Temperatura : 120°C Tiempo : 4 horas	Compuesto PC + agente carga Policarbonato sin agente de carga Sin humedad	humedad menor al 0.2% al cabo de 5 horas de exposición al ambiente
1	Incorporación del agente espumante en estado sólido: Absorción y desorción de CO2			Compuesto PC + agente carga Policarbonato sin agente de carga a concentraciones de CO2 entre : 2.8 % y 1.5%	Diferencia de pesos material sin CO2 incorporado y material con CO2 incorporado, medido a través del tiempo (Curva desorción de CO2). Se mantiene el recipiente a presión con desecante para evitar absorción de humedad durante este proceso del material o compuesto
2	Plastificación y dispersión del agente espumante en estado fundido	Injectora Arburg (unidad inyección) Moldes inyección Atemperadores	Presión : 400 a 600 psi Tiempo : 14 a 72 horas Temperatura : 23 °C	Pieza espumada	Imágenes de morfologías (cuantificación de densidad de espuma y tamaño promedio de burbujas).
3	Inyección de piezas y caracterización del espumado: Proceso de inyección	Injectora Arburg/Moldes inyección/Atemperadores	Contrapresión : 1.40, 250 bar Concentración CO2 : 1.5 a 2.8% Velocidad de inyección: 50 y 100 mm/s Temperatura de molde : 40, 65 y 85 °C Temperatura de masa : 290°C Volumen de plastificación : Molde placas = 115 cm3 Molde Tensión = 29 cm3 Molde Impacto = 16 cm3 Contrapresión : 250 bar Tiempo enfriamiento : Molde placas = 11 s Molde Tensión = 15 s Molde Impacto = 18 s Fase de postpresión no se aplicó	Pieza espumada de placas Pieza espumada para pruebas de tensión Pieza espumada para pruebas de impacto	Piezas con llenado completo, sin rechupes
	Inyección de piezas y caracterización del espumado: Pruebas de morfología, densidad, tensión e impacto	Horno de vacío Microscopio óptico software medición y cuantificación de partículas (burbujas). Equipo medición de impacto y tensión, Balanza analítica	Preparación de muestras para morfología Procedimiento para el cálculo de morfología (tamaño y densidad burbujas) Norma para medición de densidad Norma para medición de resistencia a la tensión Norma para medición de resistencia al impacto	Tamaños promedios de burbujas Densidad espuma Espesor capa no espumada Densidad de material Resistencia a la tensión Resistencia al impacto	Imágenes de morfologías (cuantificación de densidad de espuma y tamaño promedio de burbujas). Reportes de ensayos de densidad, tensión e impacto

Figura 10. Fases del proceso experimental realizado.
(fuente ICIPC)

6.1 PREPARACIÓN DEL COMPUESTO

Para la incorporación del agente nucleante en el Policarbonato se empleó una extrusora doble husillo (ver Anexo 10.2.1) El Policarbonato empleado fue la referencia 2405 Makrolon de Bayer (ver Anexo 10.1.1), que fue la misma referencia empleada en el trabajo de Flórez [16]. De esta forma fue posible realizar un trabajo paralelo y comparativo empleando el mismo proceso de incorporación directa del agente espumante en pellets sólidos. A diferencia de la investigación hecha por Flórez [16] quien empleó talco como agente nucleante, se incorporaron nanocargas cuya composición principal es SiO_2 (ver Anexo 10.1.3 Agente Nucleante.).

Las condiciones de proceso para la incorporación del agente nucleante en el PC empleadas en la extrusora doble husillo, se basaron en las recomendadas por Zhai, W [29], quien emplea la misma referencia de agente nucleante estudiada en el presente proyecto (ver Anexo 10.1.3).

6.2 INCORPORACIÓN DEL AGENTE ESPUMANTE EN ESTADO SÓLIDO.

De los trabajos publicados por Lin et al [26] Reverchon y Cardea [7] y Kramshuster et al [40] entre otros, se puede inferir la importancia de las variables de absorción o de preparación de la espuma, ya que tienen gran influencia en las propiedades finales de la parte inyectada. Estas variables son la presión, tiempo y temperatura de absorción.

Para propósitos de comparar y complementar investigaciones ya realizadas, se empleó el mismo material plástico de Policarbonato (PC) Makrolon usado en los estudios de Laura Flórez[16] y Andrzej K. Bledzki[2].

Para evaluar la absorción óptima del gas espumante (CO_2 - ver anexo 10.1.2 Agente espumante.) en el policarbonato, se analizaron la presión del gas espumante y el tiempo de absorción. La temperatura se mantuvo constante a un valor de temperatura ambiente de 23°C

[27]. La presión de las pruebas está limitada a la capacidad de la pipeta de CO₂, permitiendo en este caso presiones de hasta 4.14 MPa (600 psi) en el recipiente. Debido a esta limitación se procuró tener tiempos de absorción suficientes para lograr una absorción adecuada de CO₂ en el Policarbonato (> 12 horas). Para realizar el proceso de absorción se empleó un recipiente hermético con capacidad para soportar presiones hasta de 6.9 MPa (1000 psi) (ver 10.2.2 Recipiente a presión para la absorción del CO₂).

Luego del proceso de absorción, el material se despresuriza y se deja en un proceso de desorción del gas presente en el material plástico (pellets) durante un tiempo determinado, hasta que la velocidad de pérdida del gas presente en el material plástico sea baja. La concentración de CO₂ se determina por diferencias de peso, como se describe en el anexo 10.3.DETERMINACIÓN DE LA CONCENTRACIÓN DE CO₂ EN EL POLICARBONATO.

Este procedimiento, se hace con el propósito de que las variaciones de CO₂ en el material plástico no sean muy significativas durante el proceso de inyección, de esta forma se reducen las variaciones de las características de espumado de las piezas inyectadas.

Para determinar las condiciones adecuadas de absorción del agente espumante, se procedió a realizar diferentes ensayos. En la Figura 11 se indican diferentes curvas de desorción o pérdida de CO₂ en el Policarbonato, luego del proceso de absorción a diferentes presiones con temperatura ambiente de 23°C.

De las inyecciones preliminares de inyección, se encontró que los porcentajes de CO₂ a partir de los cuales se obtuvieron piezas espumadas de forma controlada fueron entre 2.8 y 2%. Por esta razón, se optó por trabajar con un nivel de presión de absorción de 3.45 MPa (500 psi). De esta forma se reduce el tiempo de absorción y desorción a 14 horas, que en el caso de aplicar una presión de 2.76 MPa (400 psi) requiere un tiempo de 22 horas.

Comparando las curvas de la Figura 11 de desorción de Policarbonato con nano cargas y sin nano cargas a condiciones de absorción y desorción similares, se encuentra que la velocidad

de pérdida de CO₂ es mayor en el material con nanocargas, a excepción de la curva con nanocarga al 5%. Esto se puede explicar por las diferencias en la morfología entre los pellets de Policarbonato sin nano cargas y los pellets de Policarbonato con nanocargas. En estos últimos, el tamaño de los pellets se reduce luego de mezclar el Policarbonato con la nano carga en la extrusora doble husillo, ya que no fue posible obtener pellets de tamaños similares a los del Policarbonato sin cargar, por el alto incremento en la presión de la extrusora doble husillo. Este menor tamaño del Policarbonato con nano carga, permite una difusión más rápida del CO₂ hacia el ambiente tal como se encontró en las pruebas experimentales. Sin embargo, en el caso del Policarbonato con 5% de nano carga se favorece la retención del CO₂ a través del tiempo, como consecuencia del mayor porcentaje de contenido de nano cargas.

De acuerdo a los ensayos realizados de desorción, no se encontró un cambio significativo de la velocidad de pérdida de CO₂ a partir de 2.3 % en el material plástico, garantizando que el contenido de CO₂ en el Policarbonato sólo varíe entre 2.3 y 2.1 % posterior a la primera hora de desorción y de 2 a 1.6 % durante la segunda hora. Si se inyecta el material con un porcentaje mayor a 2.3% de CO₂, la velocidad de desorción o pérdida de CO₂ es alta y se pueden presentar altas variaciones del grado espumado en las piezas inyectadas. Para porcentajes superiores al 3% de CO₂ en el Policarbonato, las piezas inyectadas presentan un espumado descontrolado, obteniendo altos grados de espumado incluso en la unidad de inyección.

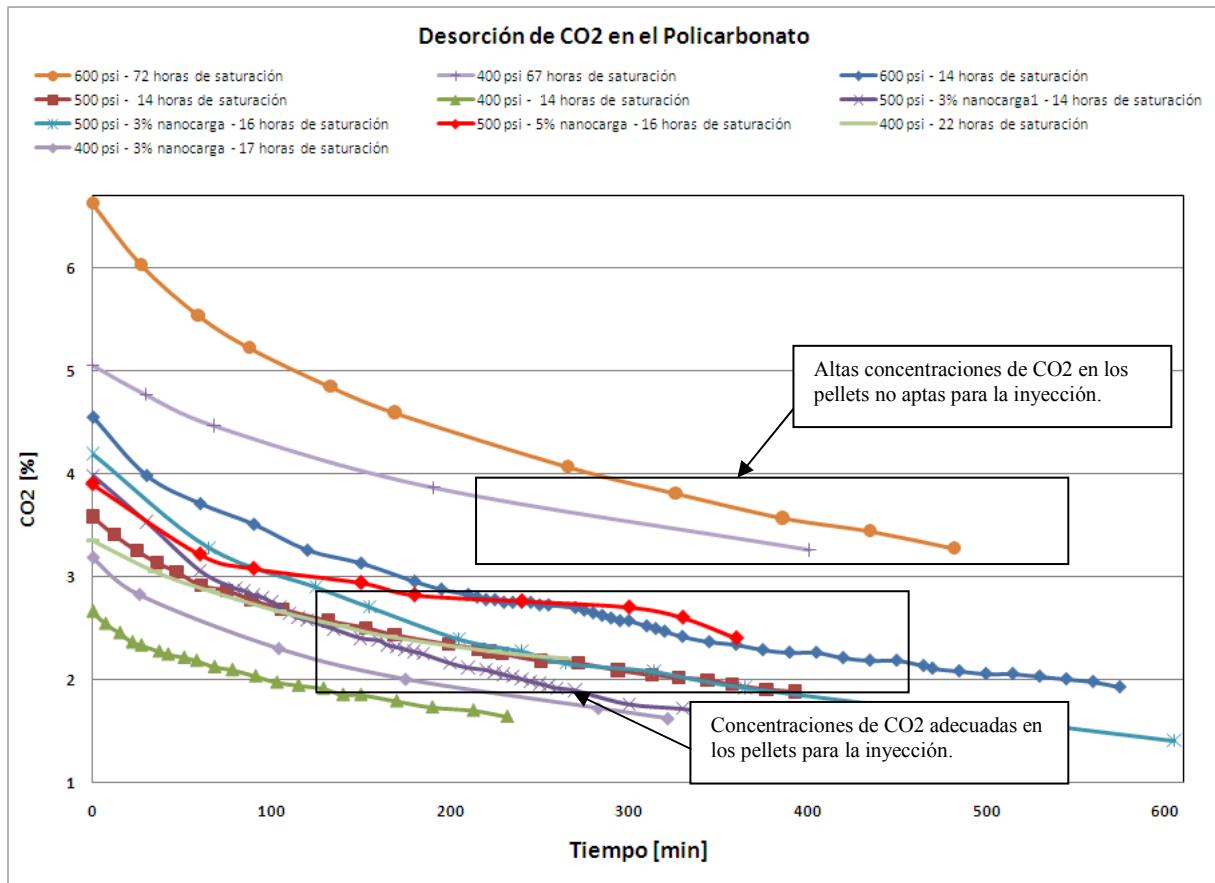


Figura 11. Curvas de desorción de CO₂ en el Policarbonato con nanocargas y sin nanocargas.

Para analizar el proceso de absorción (Pellets presurizados) y desorción de pellets despresurizados al ambiente, se realizaron dos simulaciones por computador en el software Comsol[41]. El análisis parte de los datos experimentales obtenidos de porcentaje de CO₂ inicial y final en cada proceso (adsorción y desorción) [41] y se procede a resolver la ecuación de difusión en el tiempo. A continuación se muestran los resultados donde se indica la concentración de CO₂ en moles/m³ y la distribución de la mitad de un espesor de pellet asumiendo una geometría cilíndrica en 2D. La simulación en estado transiente, asume un coeficiente de difusión del material plástico constante [42] y no tiene en cuenta el efecto de la presencia de la nano carga en el proceso de difusión. En este último caso, se mostró que la curva de desorción experimental y la simulada presentaban diferencias en la absorción y desorción.

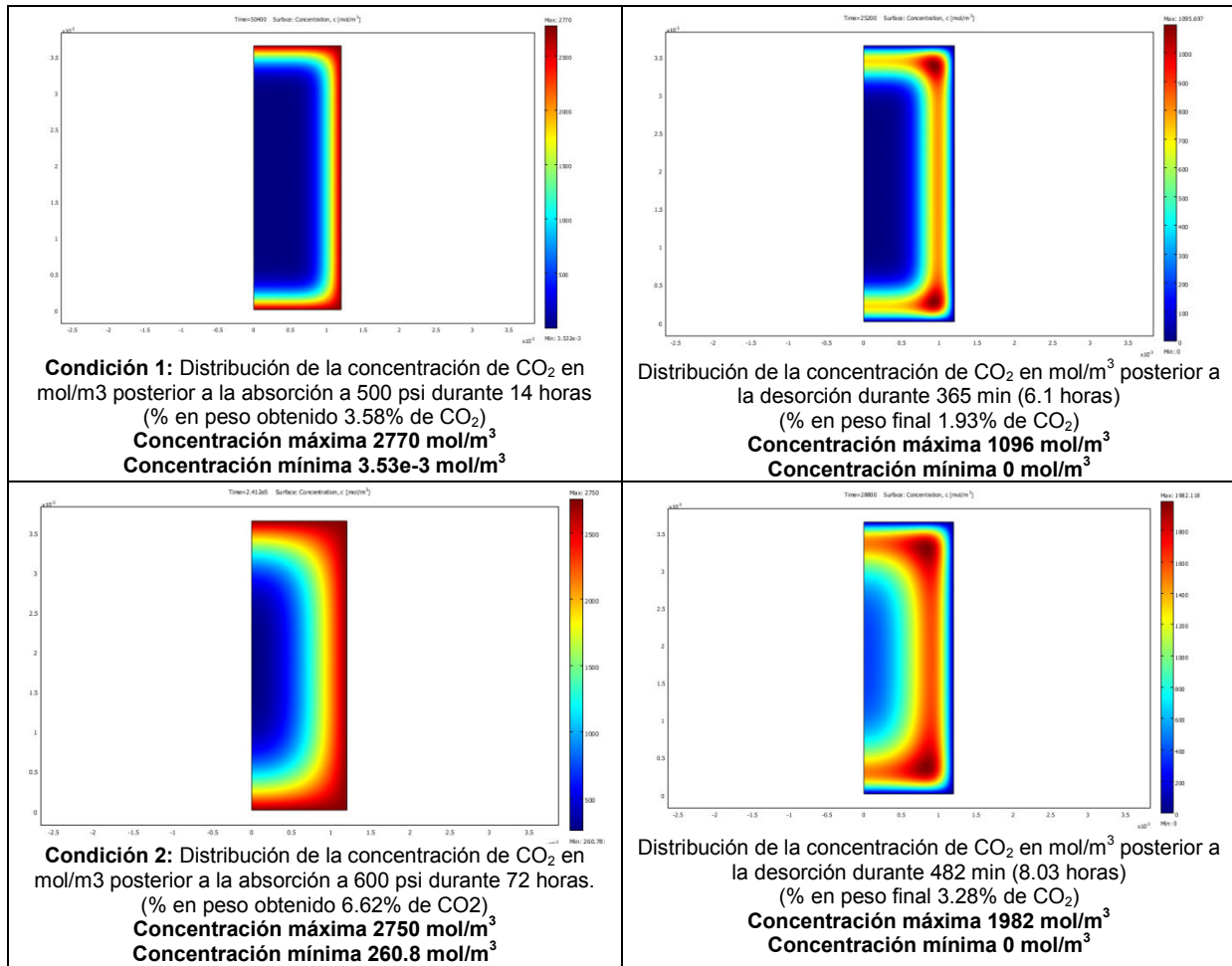


Figura 12. Concentración de CO₂ en una geometría de Pellet a diferentes condiciones de absorción y desorción.

Los resultados muestran que el pellet sometido a una atmósfera de CO₂ con una presión de 4.14 MPa (600 psi) durante 72 horas, conserva un alto grado de concentración en el interior del pellet, posterior a un proceso de desorción de 8 horas, lo que implica que requiere un tiempo más prolongado para que el material llegue a niveles de concentración de CO₂ aceptables para la inyección, que de acuerdo a lo explicado anteriormente debe oscilar entre 2.8 a 2%.

Debido a que para estas condiciones la escala de tiempo de operación se hace muy extensa, se optó por trabajar con condiciones de procesamiento de 3.45 MPa (500 psi) a 14 horas de absorción, de tal forma que no fueran muy extensos los tiempos de absorción y desorción. Bajo estas condiciones, la ventana de operación de inyección es lo suficientemente amplia para obtener un proceso de espumado estable.

6.2.1 Validación de la incorporación del agente espumante en el Policarbonato

En esta sección se estudia la ventana de operación o el tiempo durante el cual es posible tener piezas inyectadas de forma adecuada. Esta ventana de operación corresponde a porcentajes de CO₂ entre 2.5 y 2% según lo realizado por el grupo de investigación del instituto IKV de Alemania[16]. Para el presente trabajo, se evaluó una ventana de operación un poco más amplia considerando concentraciones desde 2.8%.

En la **¡Error! No se encuentra el origen de la referencia.** se indican los resultados obtenidos por el grupo de investigación del instituto IKV de Alemania, correspondiente a una curva de desorción de CO₂ en Policarbonato (Makrolon 2405) posterior a un proceso de absorción a 2 MPa (290 psi) y 18 horas, condiciones bajo las cuales desarrollaron el proceso de espumado en Policarbonato.

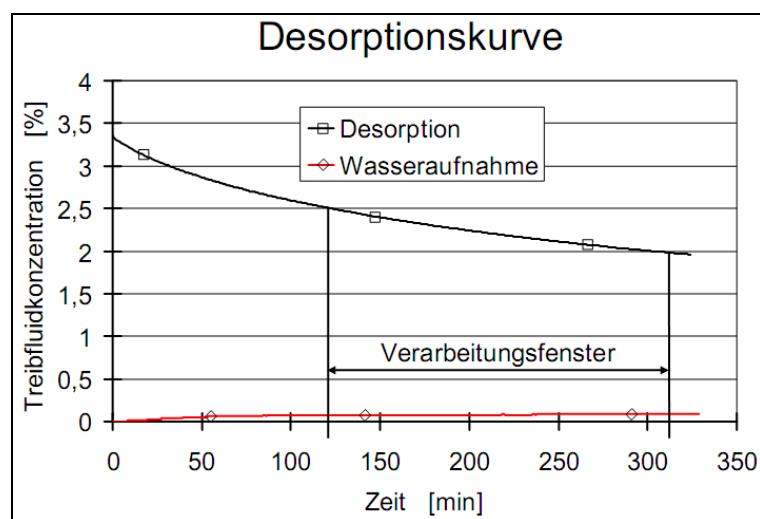


Figura 13. Curvas de desorción de CO₂ en Policarbonato (curva desorción IKV [16])

En la Figura 14 se muestran dos curvas de desorción hechas en los laboratorios del ICIPC, a un proceso de desorción a 3.45 MPa (500 psi) - 14 horas y 2.76 MPa (400 psi) – 22 horas. Se superpone la curva de desorción obtenida en el laboratorio del IKV con la misma referencia de Policarbonato Makrolon 2405. En los tres casos se encuentra una velocidad de pérdida de CO₂ muy similar entre las curvas, lo cual indica que en términos de preparación del material (absorción de CO₂) previo a la inyección, la condición de 3.45 MPa - 14 horas reduce considerablemente el tiempo de absorción.

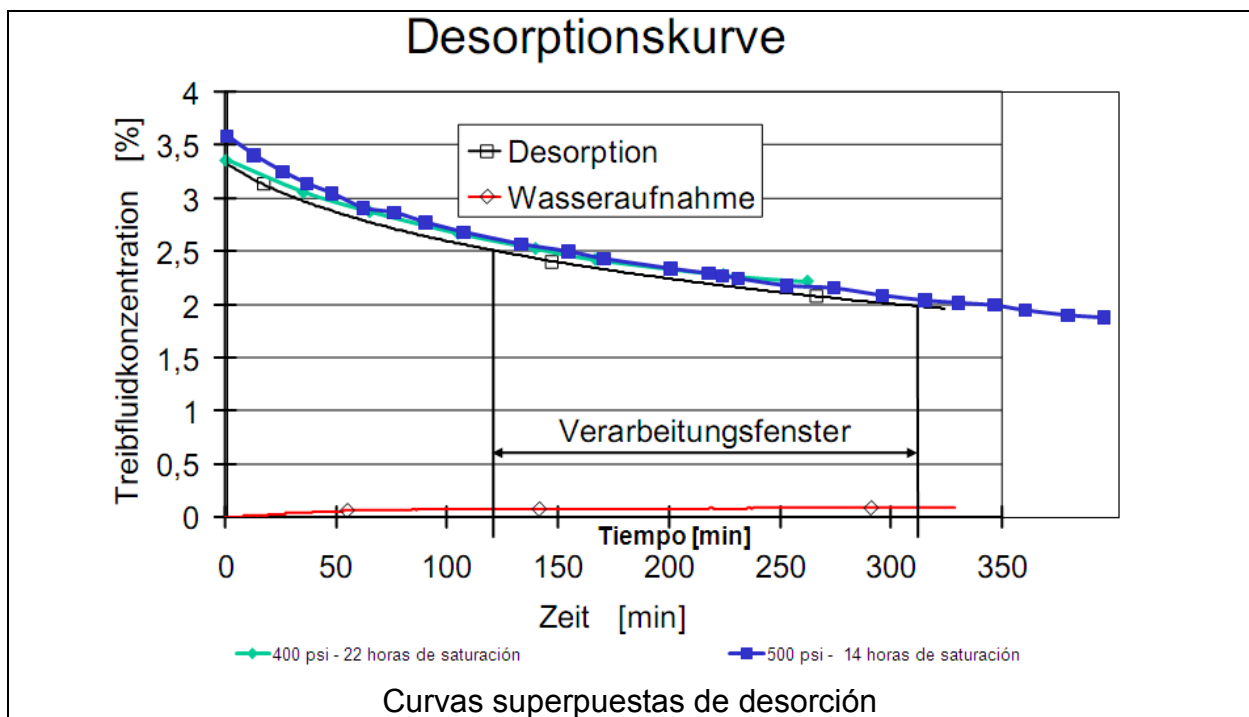


Figura 14. Curvas de desorción de CO₂ en Policarbonato (curva desorción IKV [16] y curvas de desorción ICIPC superpuestas).

6.3 PLASTIFICACIÓN Y DISPERSIÓN DEL AGENTE ESPUMANTE EN ESTADO FUNDIDO

Durante la plastificación del material plástico, es indispensable lograr una mezcla óptima entre el plástico fundido y la fase gaseosa de CO₂. Con las tecnologías patentadas tales como Optifoam y Mucell, esto se puede lograr mediante la incorporación de un elemento de mezcla

en la unidad de plastificación (mezclador estático). De esta forma, se logra una adecuada dispersión del CO₂ presente en el material plástico, logrando obtener una fase única de plástico fundido y CO₂. Este factor es clave para lograr una pieza inyectada con una espuma uniforme.

De la evaluación de diferentes moldes (diferentes volúmenes de inyección), se pudo generar la dispersión del agente espumante por medio de la variable contrapresión, sin el uso de un elemento de mezcla en la unidad de plastificación (mezclador estático). Se logaron altas efectividades de la dispersión del agente espumante con la contrapresión para los moldes que exigían en la máquina inyectora una capacidad entre el 20 y 70% de su capacidad de plastificación. En el caso de moldes que requieran volúmenes de inyección bajos (menor del 20% volumen de inyección máximo de la inyectora), se debe encontrar el balance entre volumen inyectado vs porcentaje de CO₂ , ya que como se observó en el molde de impacto, las concentraciones consideradas entre el 2.3 al 2.8% son excesivamente altas para el volumen de inyección requerido para llenar la cavidad. Por fuera de estas condiciones, es necesario y más efectivo el uso de elementos de mezcla en la punta del husillo, tales como los usados en los sistemas Mucell y Optifoam.

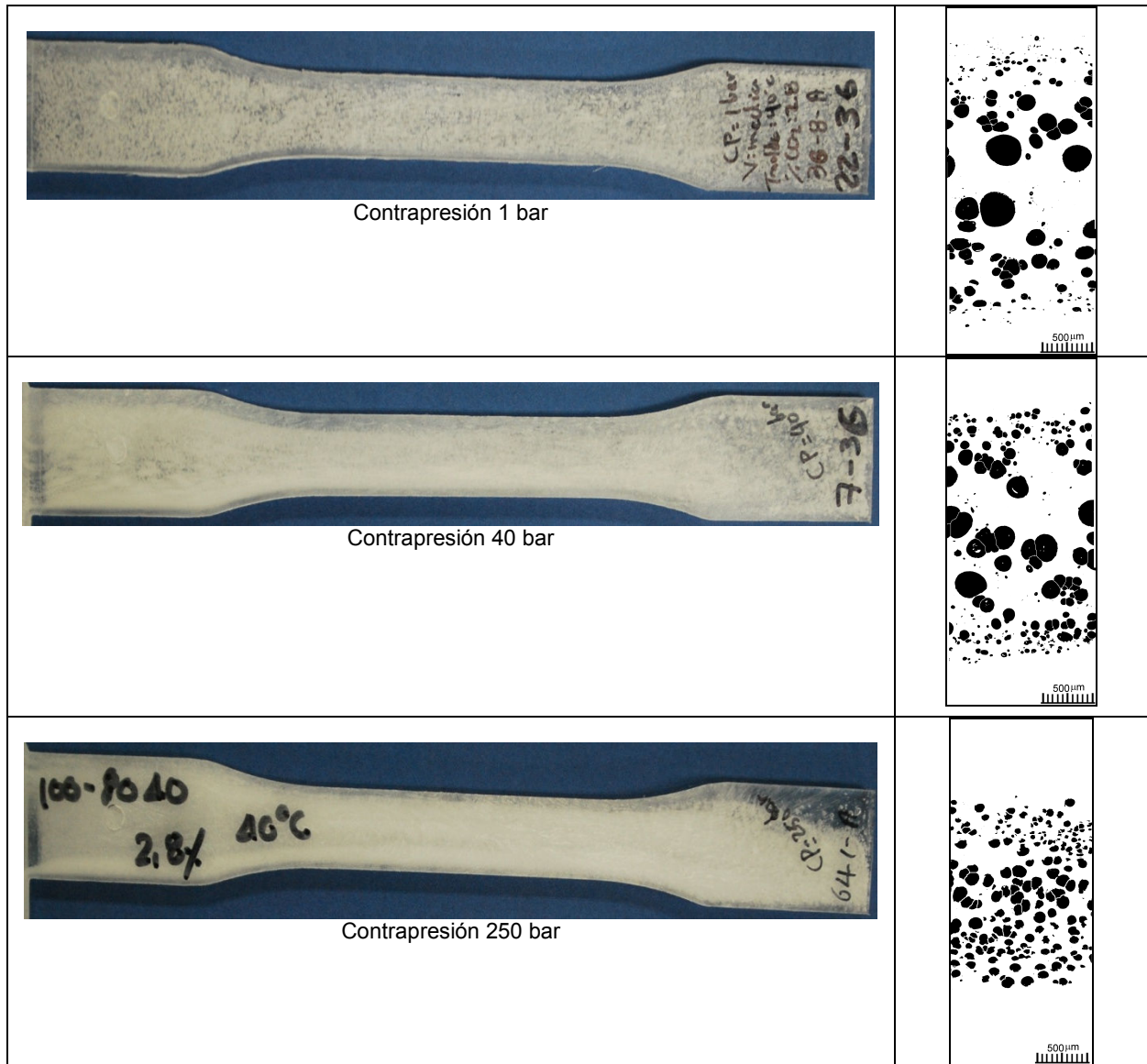


Figura 15. Efecto de la contrapresión en el grado de espumado de la pieza inyectada.

En la Figura 15 se indican tres piezas inyectadas a diferentes niveles de contrapresión, en las cuales se puede ver la diferencia de grado de espumado obtenido. Se puede observar que para el nivel mayor de contrapresión (250 bar) se logra un grado de espumado mayor, es decir, la mayor contrapresión que genera la mejor dispersión de CO_2 en la masa fundida de la unidad

de plastificación, produciendo una pieza inyectada espumada de mayor densidad de espuma y espumado más uniforme.

6.4 EVALUACIÓN DE LA INYECCIÓN Y DESEMPEÑO MECÁNICO DEL ESPUMADO.

En el presente trabajo, se evaluaron las variables de temperatura de molde, velocidad de inyección y porcentaje de CO₂. Cada una de estas variables fueron estudiadas en paralelo con la morfología de espuma y su efecto en las propiedades mecánicas, específicamente el esfuerzo máximo en tensión, resistencia al impacto y densidad (g/cm³), como se reportará más adelante.

Adicionalmente a las condiciones de proceso de inyección mencionadas y descritas en el estado del arte, se ajustó el perfil de velocidad de inyección. La importancia de esta variable es justificada por Lee et al[21, 35]. El perfil de velocidades tiene una relación directa con la variación de la caída de presión en la cavidad del molde, la cual es la fuerza motora que da inicio al proceso de nucleación y crecimiento de las celdas en el proceso de espumado por inyección. Estos investigadores hablan además, de la influencia de la velocidad de inyección, sobre la uniformidad de la espuma a lo largo del frente de flujo en la pieza inyectada. Debido a la variación en la caída de presión y en la velocidad de caída de presión, inherente al proceso de inyección, existe una distribución de tamaños y de densidades de celda a lo largo de la pieza.

En la Figura 16 se muestra un diagrama del llenado y espumado de una cavidad, que fue extraído del trabajo de Lee et al [43], en el que también aseveran que la variación en la caída de presión provoca una distribución no uniforme de diámetros de celda. Se puede apreciar que en la entrada de la cavidad, donde ocurre la mayor caída de presión, se obtiene la inestabilidad necesaria para la nucleación de las celdas, así que las celdas formadas son de menor tamaño, y su diámetro aumenta a medida que avanza el frente de flujo.

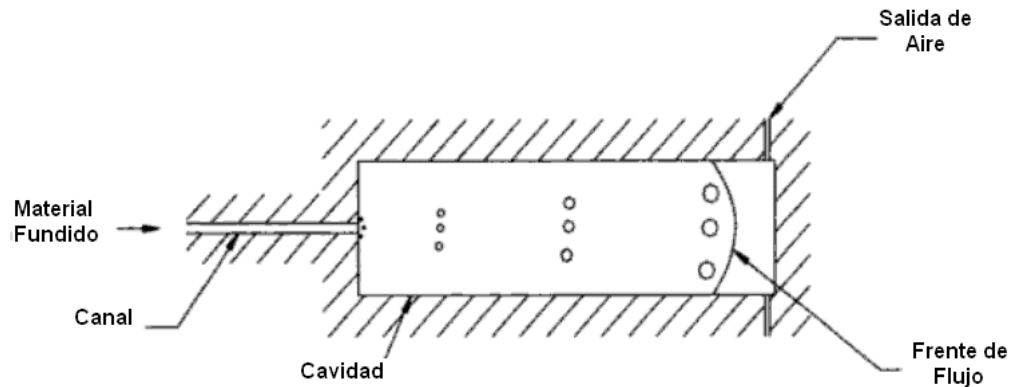


Figura 16. Diagrama del avance del frente de flujo en el espumado por inyección. Tomado y modificado de [43].

En el laboratorio del ICIPC, se realizó la inyección de probetas utilizando una velocidad constante (100 mm/s). Bajo esta condición se consiguió una espuma poco uniforme a lo largo de la pieza como se puede observar en la Figura 17, que ratifica lo encontrado por los investigadores nombrados anteriormente. Aunque los análisis de resultados se hicieron con base en las probetas de tensión inyectadas, se muestra la imagen de la placa inyectada, porque este efecto se aprecia mejor en esta pieza que en las probetas.



Figura 17. Placa inyectada a una velocidad de inyección constante.

Para contrarrestar la no uniformidad de la distribución de celdas a lo largo de la pieza inyectada, se implementó el uso de un perfil de velocidades de inyección descendente. Lee et

al [21] explican que el perfil debe ser de esta forma para modificar convenientemente la caída de presión y la velocidad de caída de presión. Al principio del llenado se debe utilizar una velocidad de inyección alta, para disminuir la velocidad de caída de presión, que es máxima en este momento. Al final del llenado, donde se obtiene la mayor densidad de celdas (máximo gradiente de presión), la velocidad de inyección debe ser lenta, de esta forma el enfriamiento de la pieza limita el crecimiento de las celdas.

En la Figura 18 se muestra la misma pieza inyectada empleando un perfil de velocidad de inyección descendente recomendado.

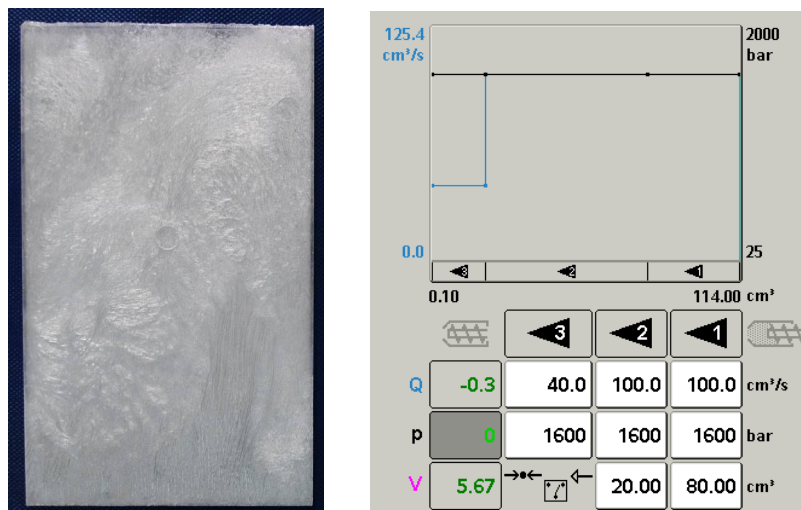


Figura 18. Placa inyectada con un perfil de velocidad programado en la inyectora (Ver numeral 10.2.3).

En la Figura 19 y Figura 20 se presentan los perfiles de velocidad ajustados para los moldes de las probetas de inyección e impacto respectivamente.

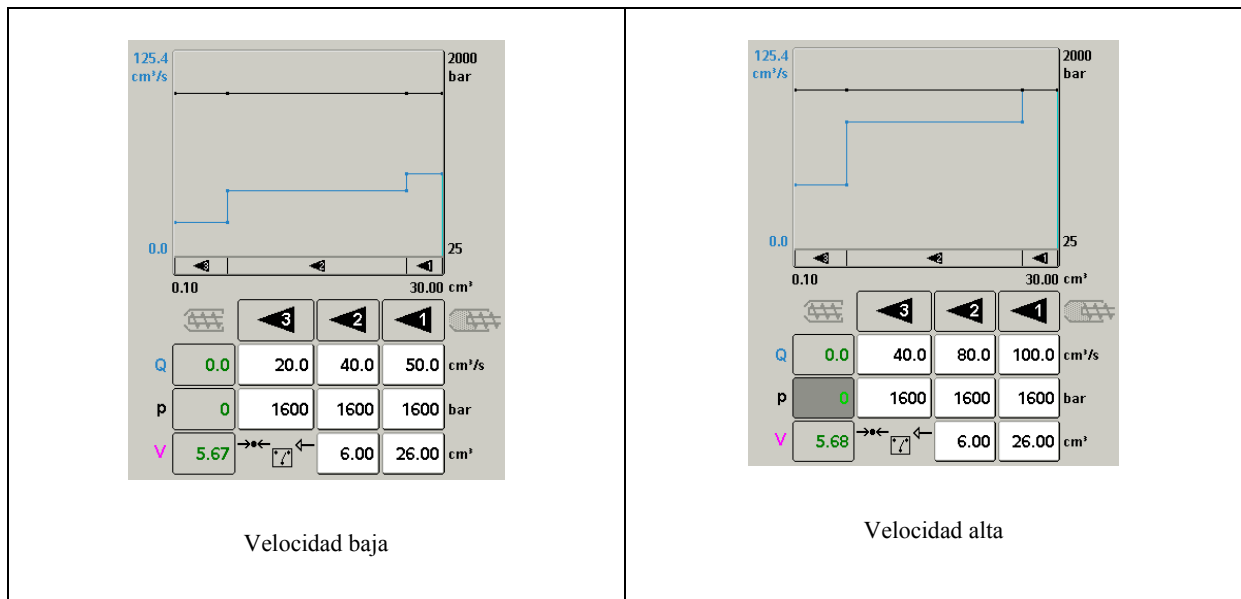


Figura 19. Perfil de inyección programado para el molde de tensión.

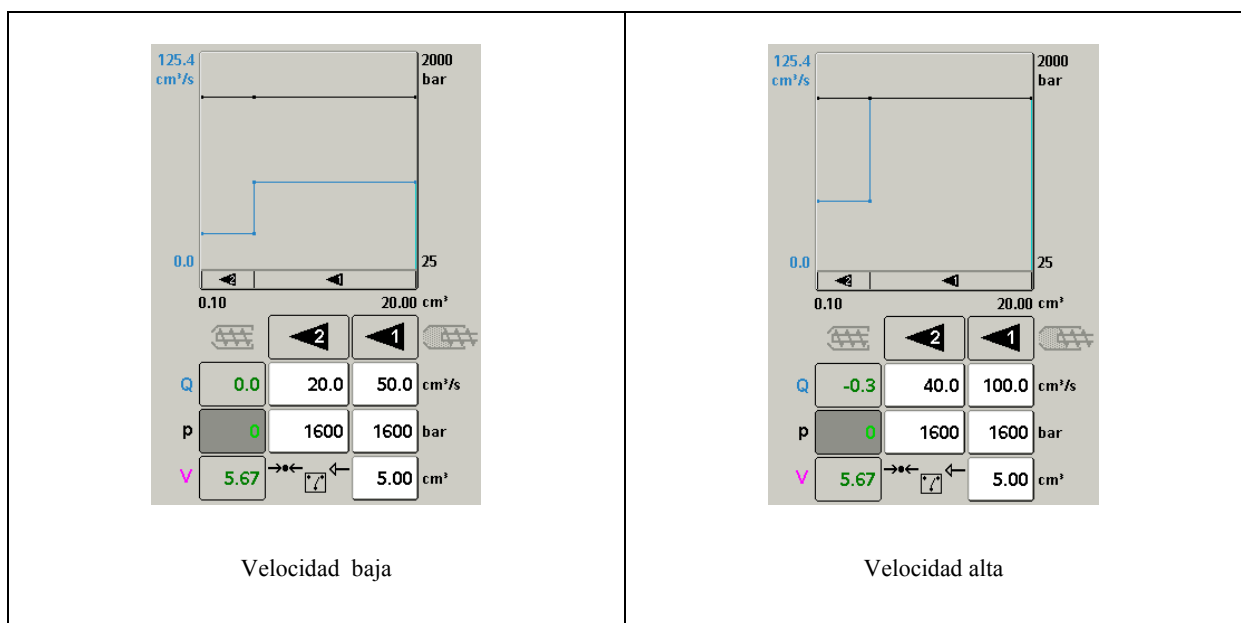


Figura 20. Perfil de inyección programado para el molde de impacto.

6.4.1 Desempeño mecánico de las piezas del molde de probetas de tensión.

En este caso se evaluaron algunas condiciones (ver Figura 21 y Figura 22) que validaron lo encontrado en el estado del arte, con respecto a la caída de la resistencia a la tensión del

material espumado. Por esta razón se enfocó más el estudio en el efecto de las piezas espumadas en las propiedades de impacto, ya que para el método propuesto no se han hecho estudios de este tipo.

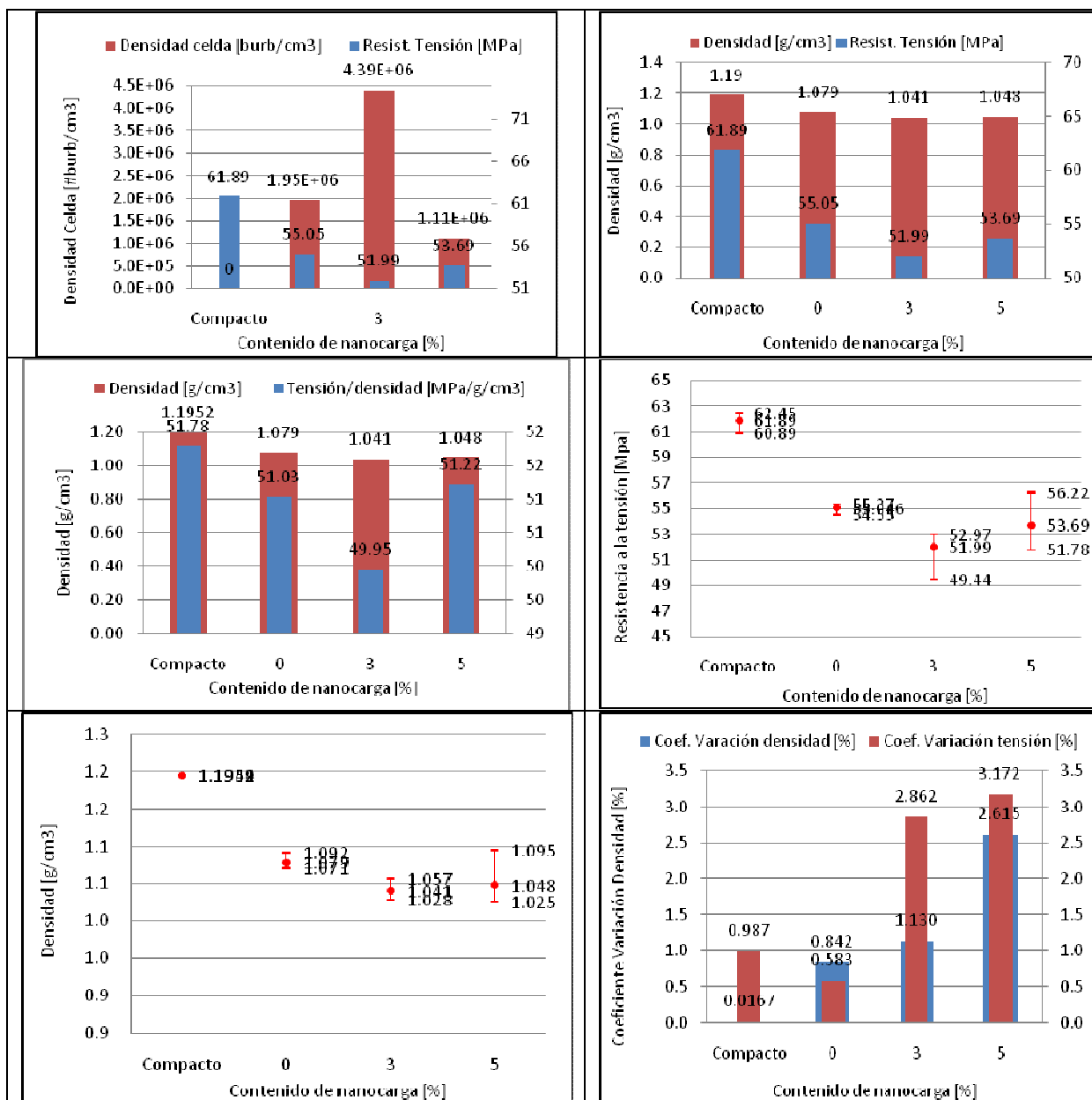


Figura 21. Resistencia a la tensión y densidad de material – velocidad inyección alta – 2.3% de CO₂ y temperatura de molde de 85°C.

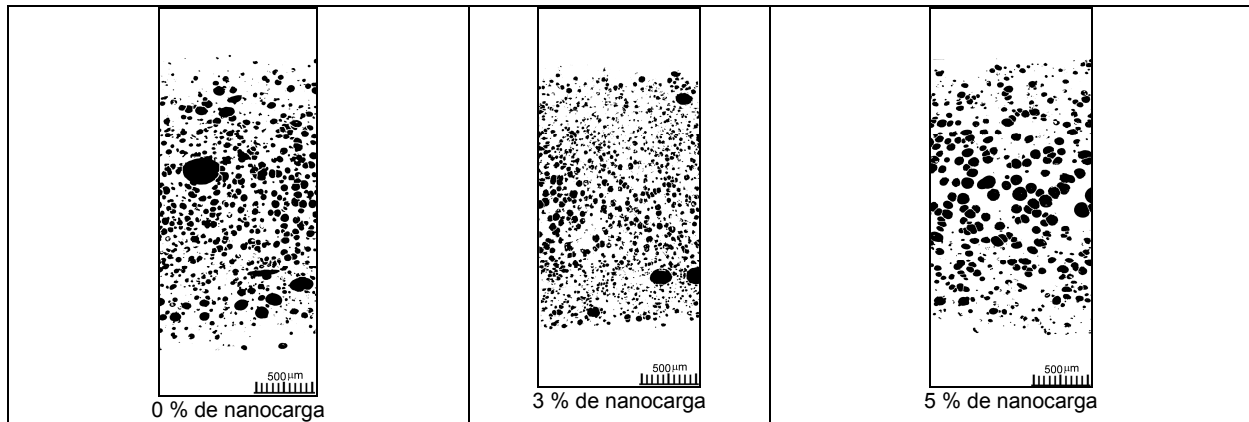


Figura 22. Morfologías – velocidad inyección alta – 2.3% de CO₂ y temperatura de molde de 85°C.

La resistencia a la tensión fue realizada en una máquina universal de ensayos (ver anexo 10.2.1 Otros equipos. y bajo la norma NTC 595 – 1996 (*), equivalente a la norma ASTM D 638. A continuación se indican las condiciones del ensayo:

Tabla 1. Condiciones de ensayo de tensión bajo norma ASTM D 638.

Temperatura durante la prueba (°C):	23
Humedad relativa (%):	48
Velocidad de desplazamiento (mm/min):	50,00
Longitud de prueba (mm):	50
Celda de carga (kN):	0 – 20
Tipo de sensor:	Macroextensómetro digital
Precisión del sensor (mm):	5/1000
Método de preparación de especímenes:	Cliente
Especímen utilizado tipo:	I
Temperatura de acondicionamiento (°C):	23
Humedad relativa de acondicionamiento (%):	50
Tiempo de acondicionamiento (h):	48

Las mediciones de densidad de material (g/cm³), se realizaron según el procedimiento de la norma ASTM D 792 y las mediciones de morfología de espuma, según lo descrito en el numeral 5.5 MÉTODOS PARA LA MEDICIÓN DE LAS MORFOLOGÍAS DE PIEZAS ESPUMADAS. .Estos dos últimos procedimientos se realizaron igualmente para las piezas inyectadas de impacto.

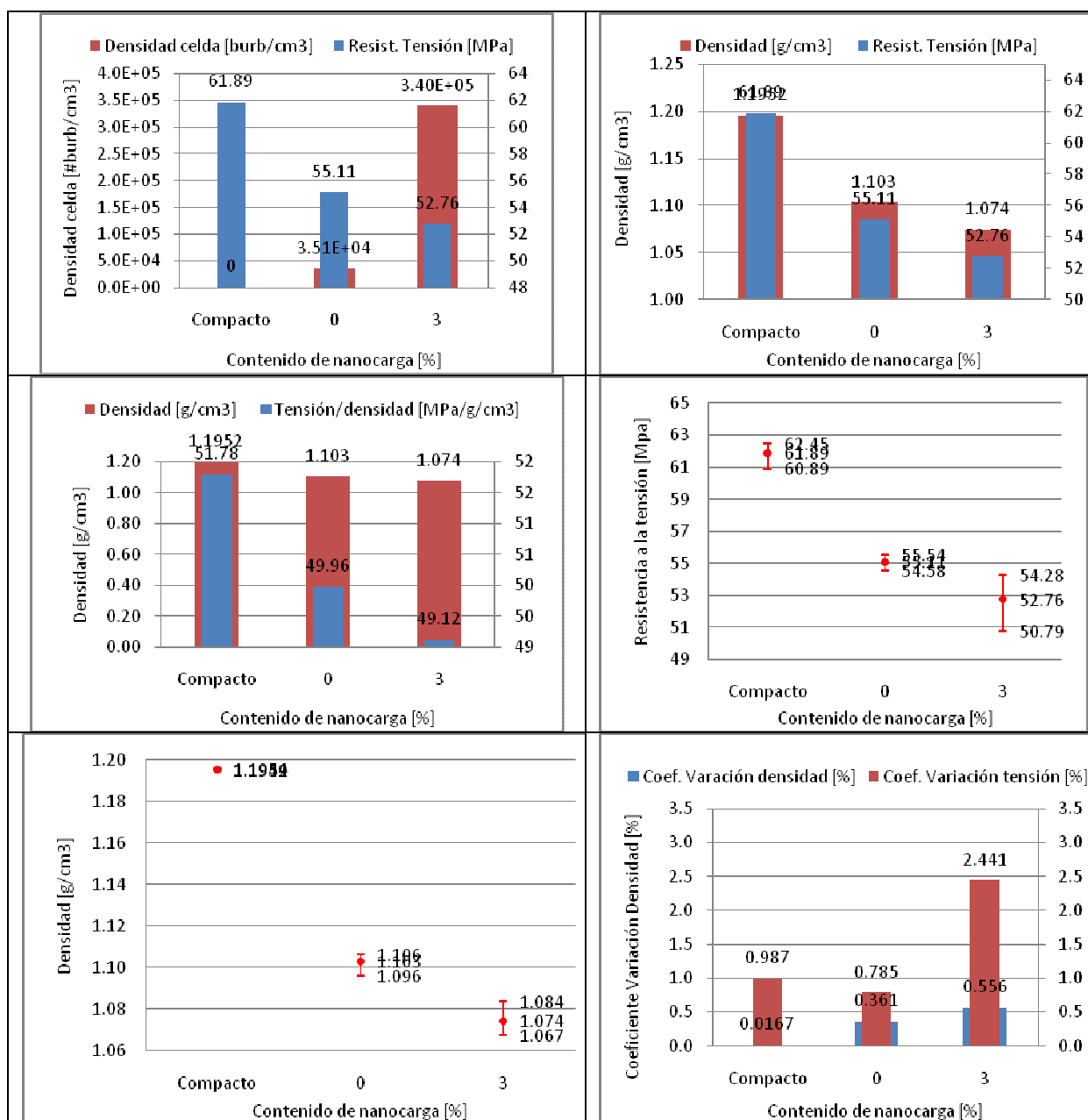


Figura 23. Resistencia a la tensión y densidad de material – velocidad inyección alta – 2% de CO₂ y temperatura de molde de 85°C.

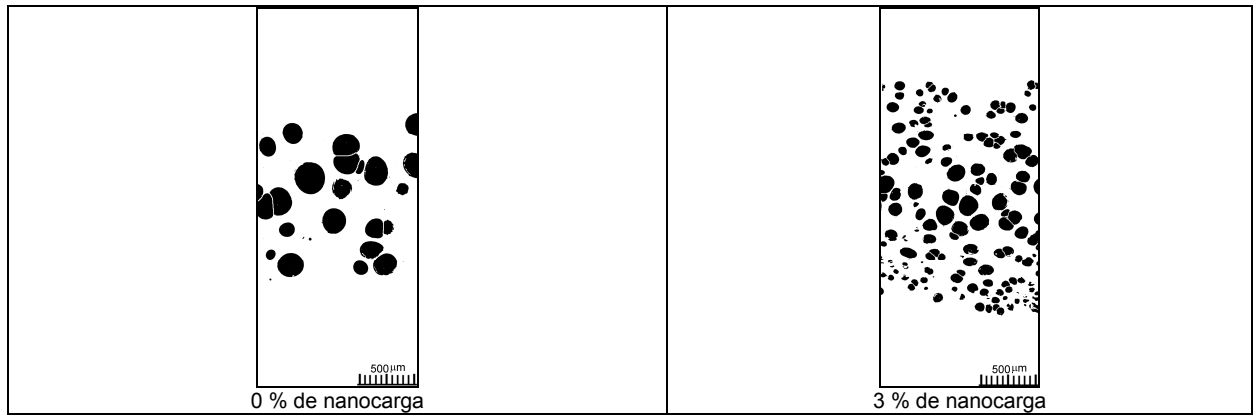


Figura 24. Morfologías – velocidad inyección alta – 2% de CO₂ y temperatura de molde de 85°C.

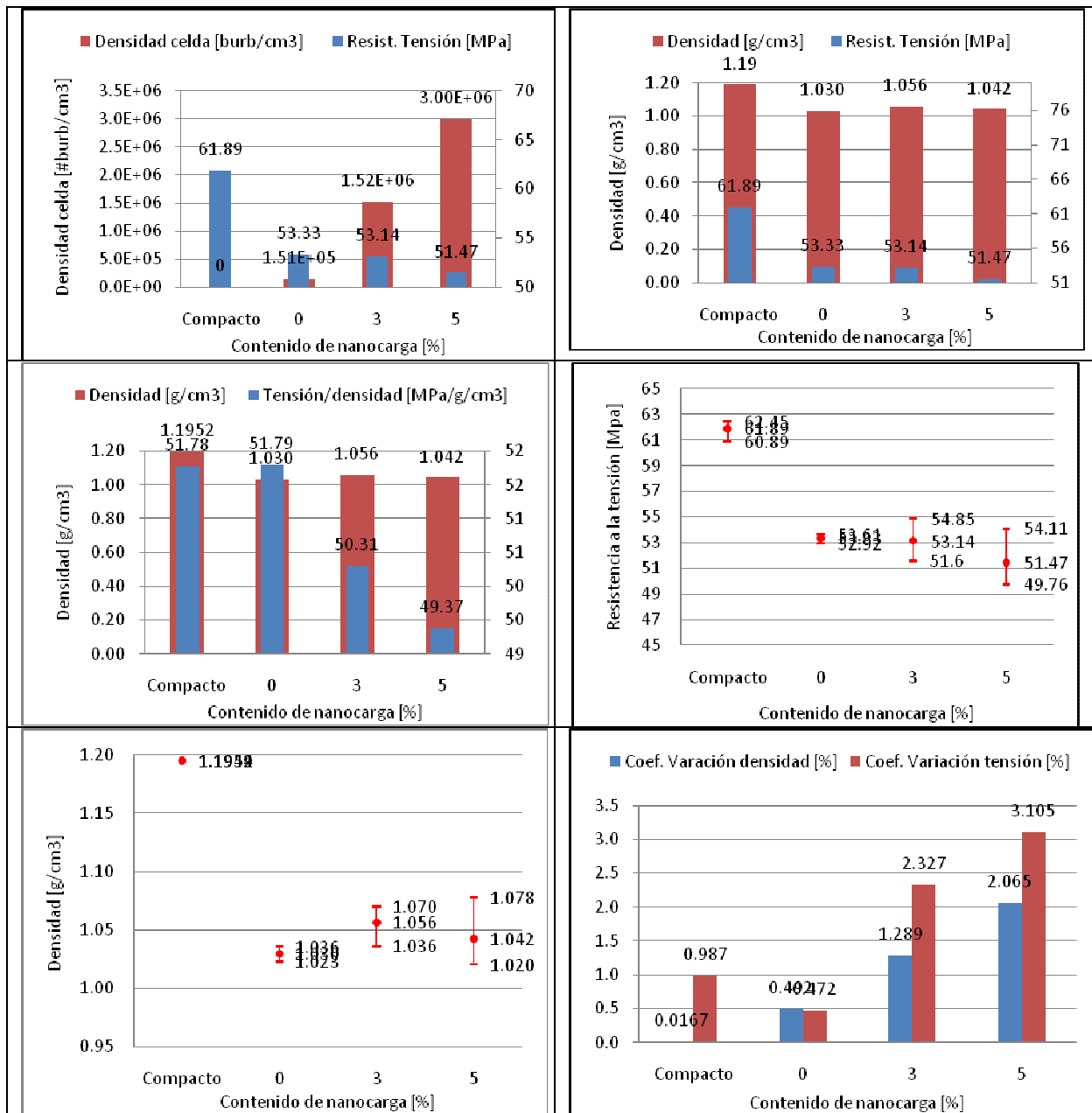


Figura 25. Resistencia a la tensión y densidad de material – velocidad inyección alta – 2.8% de CO2 y temperatura de molde de 85°C.

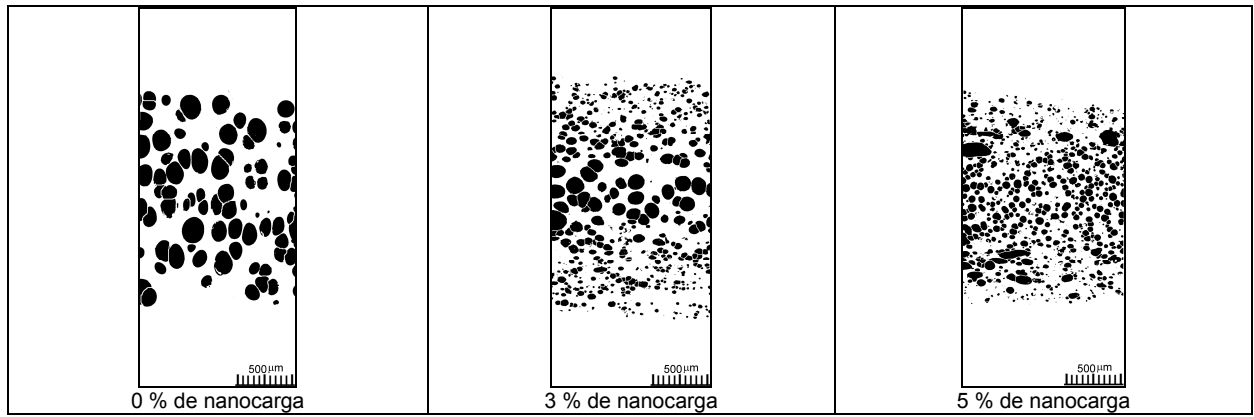


Figura 26. Morfologías – velocidad inyección alta – 2.8% de CO₂ y temperatura de molde de 85°C.

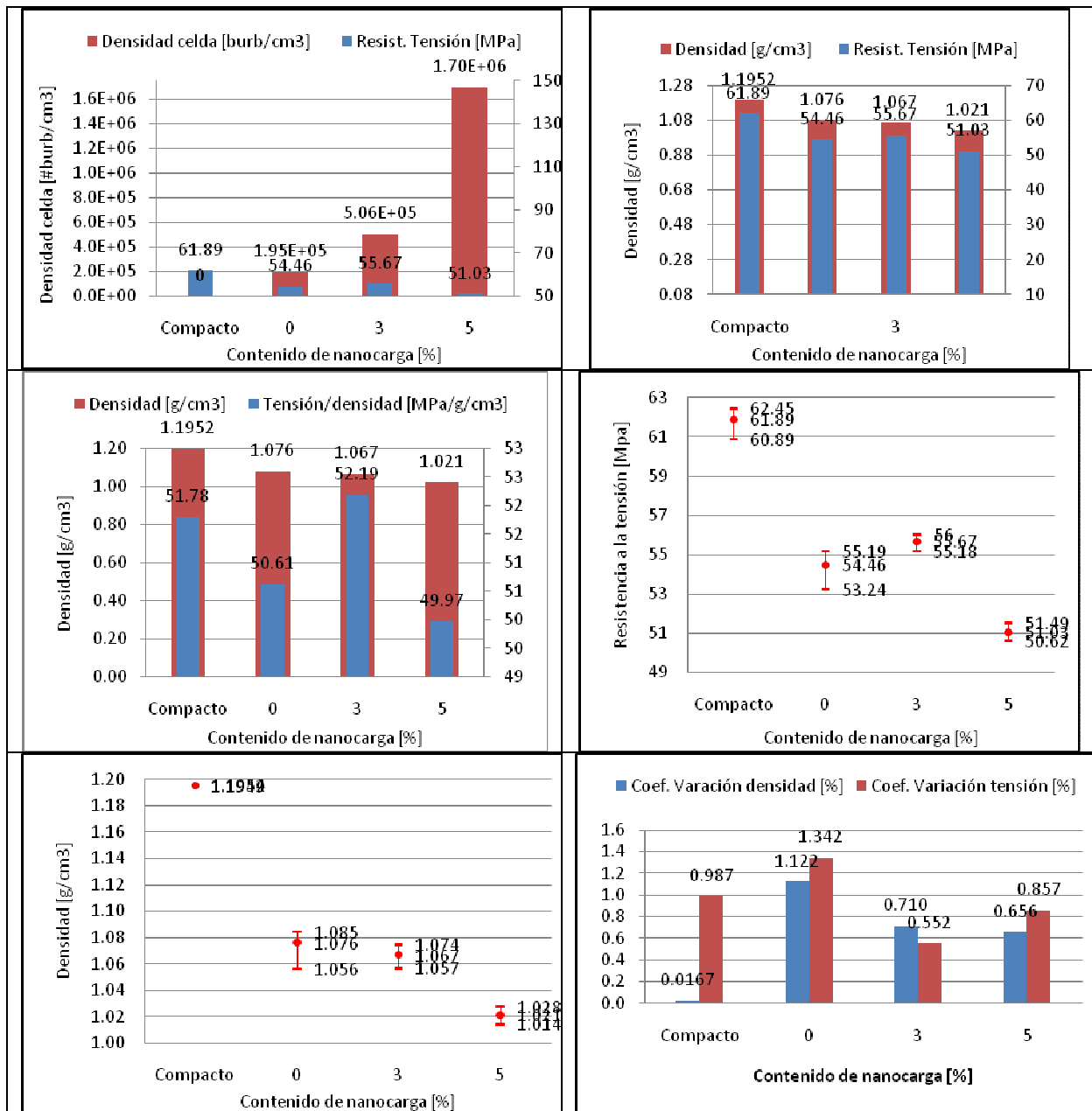


Figura 27. Resistencia a la tensión y densidad de material – velocidad inyección baja – 2.3% de CO₂ y temperatura de molde de 85°C.

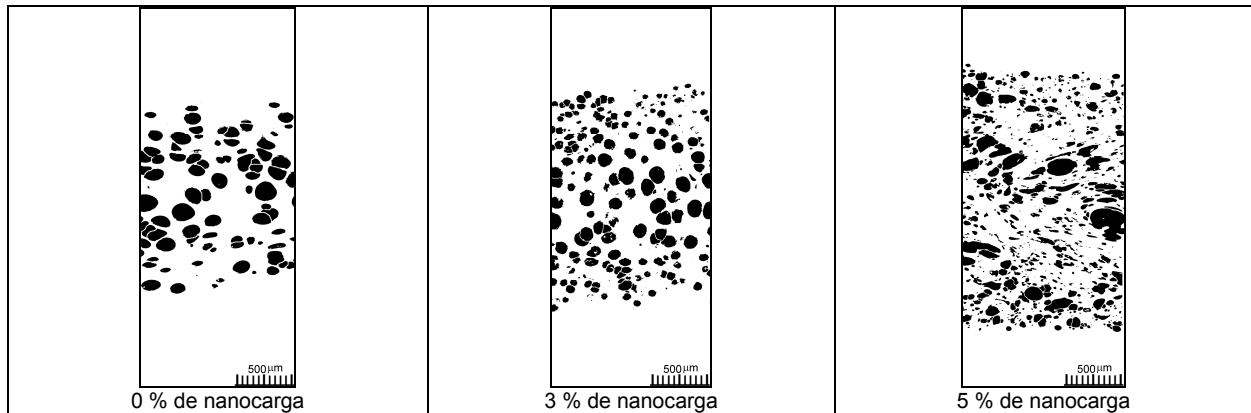


Figura 28. Morfologías – velocidad inyección baja – 2.3% de CO₂ y temperatura de molde de 85°C.

Sobre el desempeño mecánico de las piezas espumadas, se encontró una reducción en la resistencia a la tensión que osciló entre el 11% al 23%. Estos resultados no se desvían de lo encontrado en el estado del arte tanto en el método propuesto por Florez [16] como por otras investigaciones [14, 16, 44-46], donde se sabe que para este tipo de piezas espumadas en las que se logra una reducción significativa en la densidad de material. Se tiene, de otro lado, una inevitable caída en las propiedades mecánicas, especialmente la resistencia a la tensión.

Se puede observar que al emplear contenidos de nanocargas de 3% y 5% se pudo obtener una densidad de espuma mayor (ver Figura 21 a la Figura 28). Esto se puede explicar por la generación de una mayor cantidad de puntos de nucleación, por efecto de las nanocargas, durante la inyección para promover la creación masiva de celdas.

Sin embargo, con respecto al desempeño mecánico de las piezas espumadas con nanocargas, el desempeño mecánico fue menor, incluso comparado con respecto a las piezas espumadas sin nano carga. Lo anterior se puede explicar por el hecho de lograr inyectar una menor cantidad de masa por unidad de volumen, es decir, una menor densidad, la cual afecta directamente la resistencia a la tensión. El otro aspecto importante que afecta la resistencia mecánica de las piezas espumadas con nano cargas, es el proceso previo de mezcla y dispersión de las nano cargas en el Policarbonato, mediante el procesamiento en la extrusora doble husillo, donde el trabajo mecánico al que es sometido el material lo puede deteriorar o degradar durante la inyección, al aplicarle una carga mecánica y térmica adicional.

Analizando la relación entre la resistencia de tensión y la densidad de material (MPa/g/cm^3), es decir, el efecto de la densidad (g/cm^3) sobre la propiedad mecánica, se observa que para las piezas espumadas con un contenido de nanocarga del 5%, dicha relación tiende a disminuirse. Esto se explica a que si bien el contenido de nanocarga ayuda a aumentar la densidad de la espuma (\#celdas/cm^3), por otro lado contribuye a incrementar la densidad de material (g/cm^3), a lo que debe adicionarse la pérdida intrínseca de la resistencia a la tensión. Sólo en un caso para espumas con contenidos de nanocarga del 3%, se obtuvo una relación de resistencia a la tensión / densidad de material (MPa/g/cm^3) mayor a la del material compacto. En este caso, no se tiene una densidad de espuma alta, pero en cambio la resistencia a la tensión no se reduce tan drásticamente con respecto a la resistencia a la tensión del material compacto, como en el caso anterior y a favor se tiene una densidad de material (g/cm^3) menor que la del material compacto.

Las mejores relaciones entre resistencia a la tensión / densidad de material (MPa/g/cm^3), presentaron morfologías con alta densidad de espuma (\#celdas/cm^3), pero con tamaños de celda no inferiores a 40 micrones.

Tabla 2. Relaciones de resistencia a la tensión/densidad mayores obtenidas.

Velocidad inyección	% CO_2	Temperatura de molde $^{\circ}\text{C}$	Porcentaje de nanocarga	Resist. tensión/densidad $[\text{MPa/g/cm}^3]$	Densidad espuma $[\text{\#celdas/cm}^3]$	Tamaño promedio celda $[\mu\text{m}]$	Figura
Nivel alto	0	85	0	51.78	0	-	Figura 21
Nivel alto	2	85	0%	49.96	9.47 E04	115.4	Figura 23
Nivel bajo	2.3	85	3%	52.19	5.06 E05	63.3	Figura 27
Nivel alto	2.3	85	5%	51.22	1.11 E06	47	Figura 21
Nivel alto	2.8	85	0%	51.79	1.51 E05	120	Figura 25

6.4.2 Desempeño mecánico de las piezas del molde de probetas de impacto.

Las morfologías al igual que en las probetas de tensión, se tomaron en una región media de la pieza, tal como se ilustra a continuación.

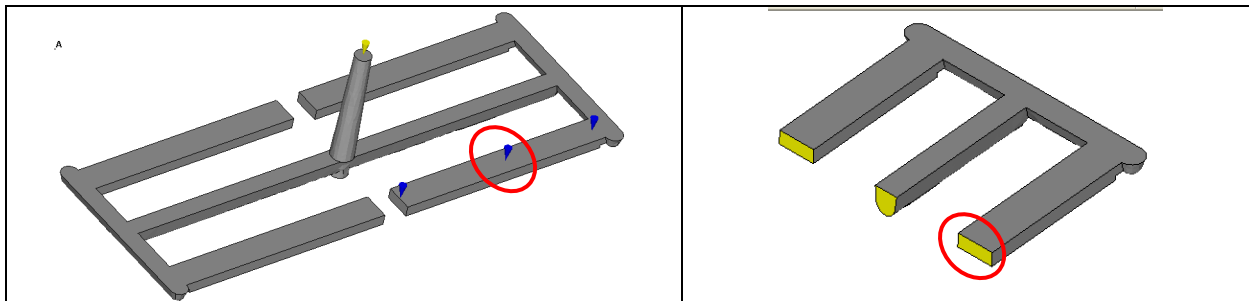


Figura 29. Zona evaluada en la pieza para los ensayos de morfología.

La resistencia al impacto charpy fue realizada en el equipo de impacto (ver anexo 10.2.1Otros equipos. y bajo la norma ISO 179. A continuación se indican las condiciones del ensayo:

Tabla 3. Condiciones de ensayo charpy bajo la norma ISO 179.

Temperatura durante la prueba (°C):	23
Humedad relativa (%):	48
Longitud del Péndulo (mm):	225
Velocidad de impacto (m/s):	2,93
Capacidad del Péndulo (J):	2,0
Ángulo de Caída (°):	160
Precisión del sensor (°):	0,12
Método de preparación de especímenes:	Inyección
Espécimen utilizado:	1eA
Temperatura de acondicionamiento (°C):	23
Humedad relativa de acondicionamiento (%):	50
Tiempo de acondicionamiento (h):	48

- *Espumado sin nanocargas.*

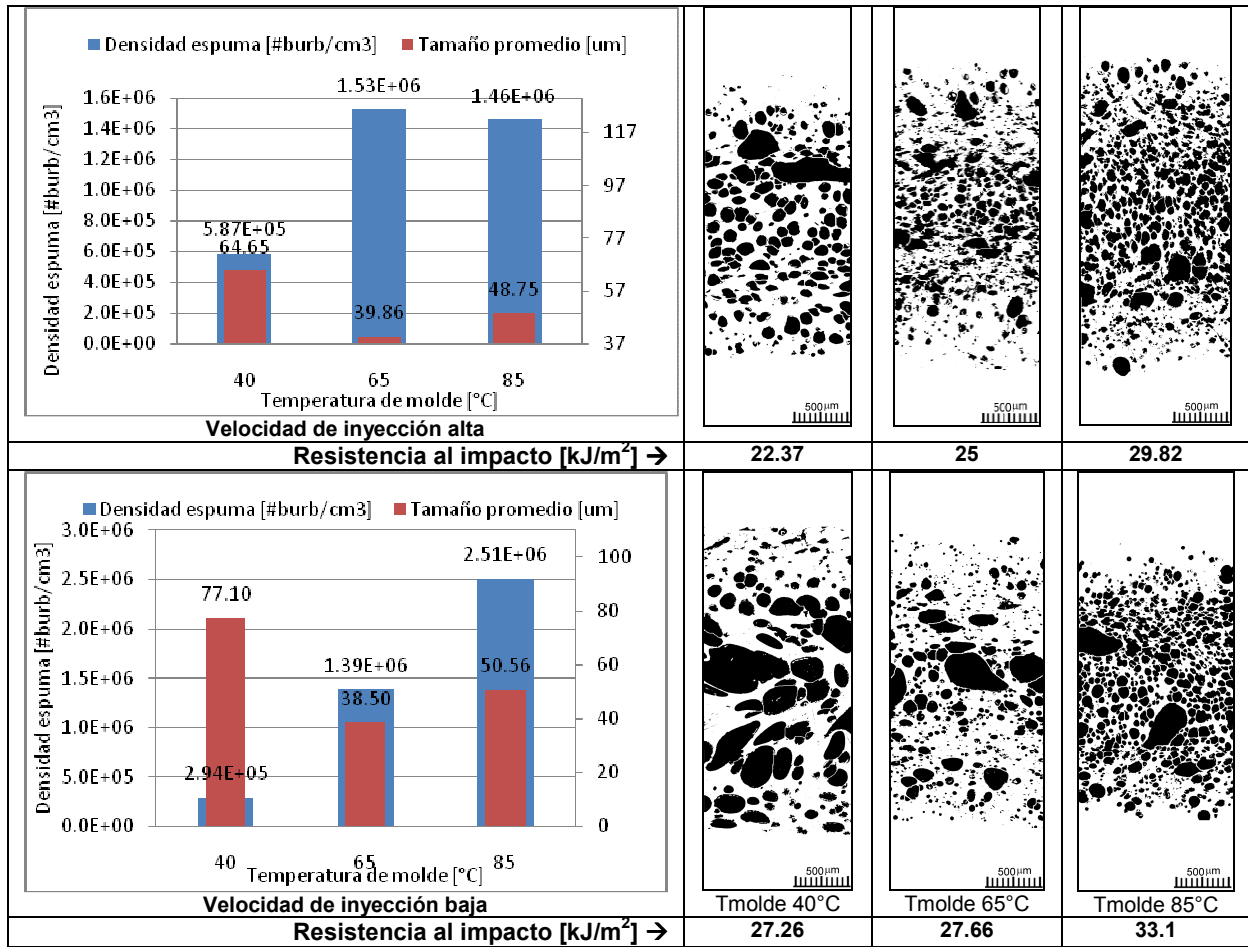


Figura 30. Variación de la morfología de espuma con la velocidad de inyección y la temperatura de molde a un 2% de CO₂.

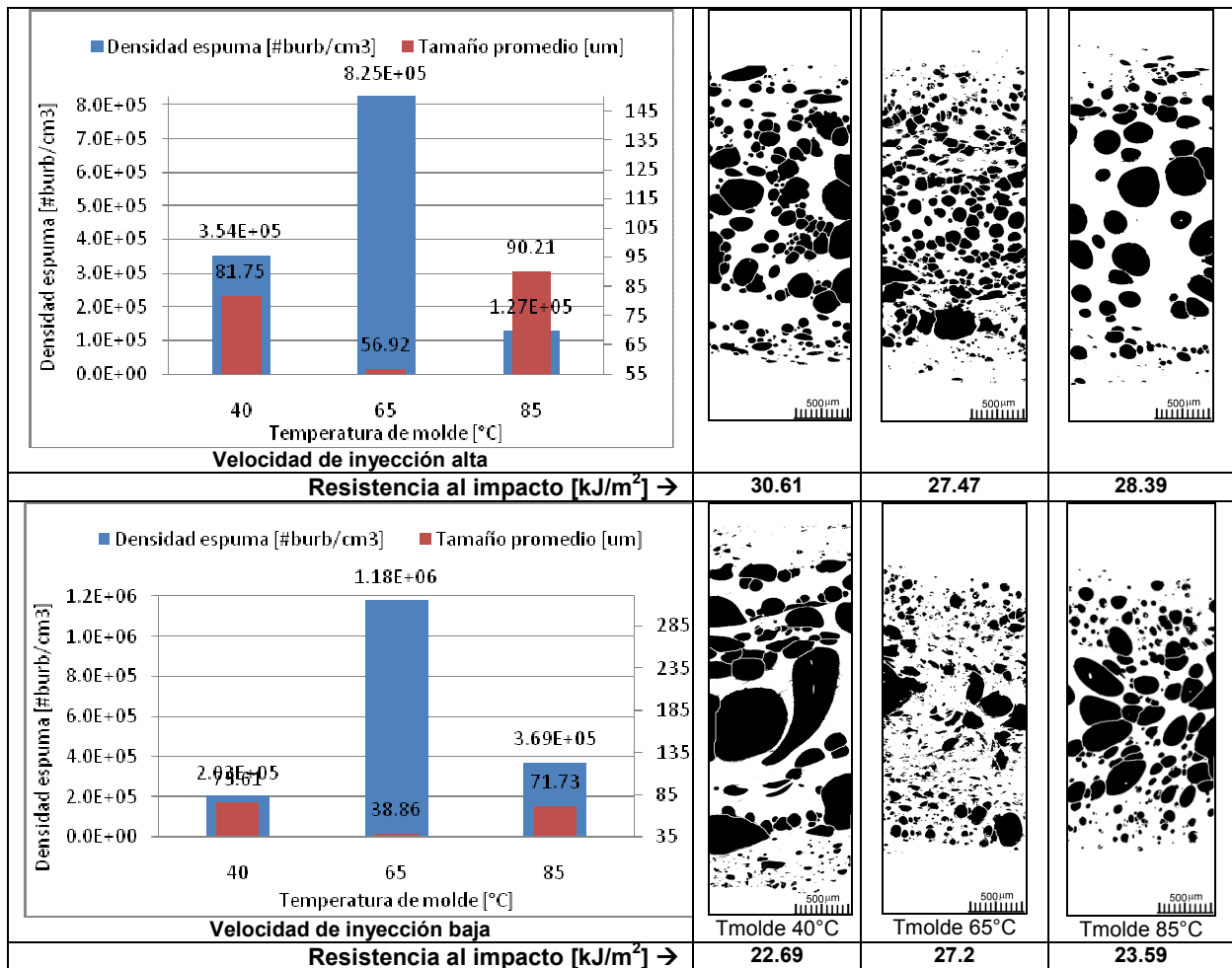


Figura 31. Variación de la morfología de espuma con la velocidad de inyección y la temperatura de molde a un 2.3% de CO₂.

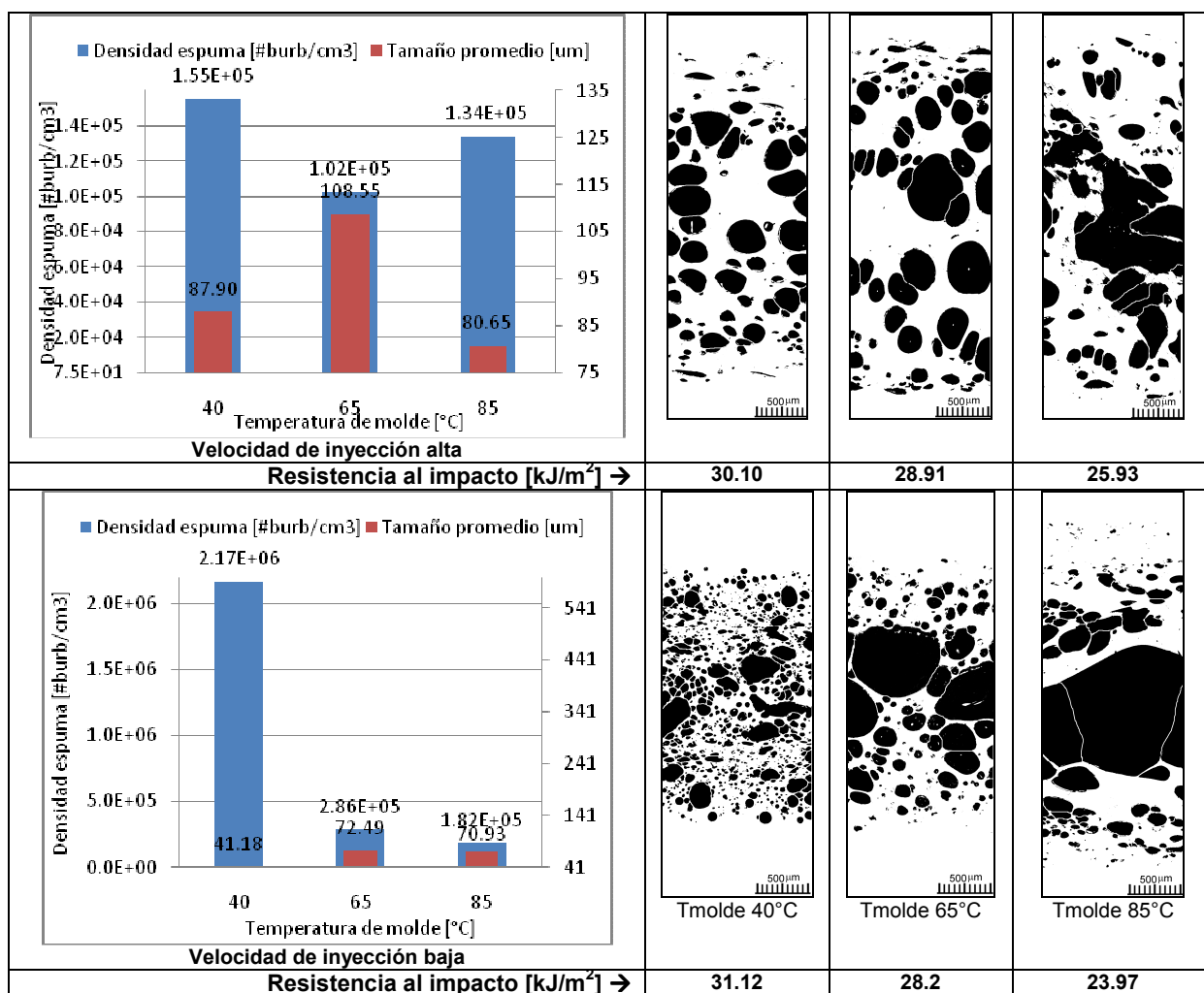


Figura 32. Variación de la morfología de espuma con la velocidad de inyección y la temperatura de molde a un 2.8% de CO₂.

- **Porcentaje 2% de CO₂:**

Para porcentajes de contenido CO₂ del 2 %, se obtuvieron morfologías más finas con distribuciones de tamaños de celdas más estrechas (ver Figura 30). A la temperatura de molde de 40°C, se presentó una distribución de tamaños de celdas muy amplia, con grandes celdas en el centro de la pieza y reducción del tamaño de éstas en la medida en que se está más cerca de las paredes del molde. Esto se puede explicar por el alto gradiente de temperaturas entre las zonas cercanas a las paredes del molde y el centro de la pieza, donde las celdas en el centro de la pieza disponen de un mayor tiempo para crecer y la resistencia del fundido es

menor, ya que el tiempo de enfriamiento es más lento. Entre tanto, en las zonas que se acercan más a las paredes del molde, se limita el crecimiento de las celdas debido al enfriamiento súbito en estas regiones.

A medida que se incrementan las temperaturas del molde a valores de 65°C y 85°C, se mejora la densidad de la espuma y se obtienen distribuciones de tamaño de celdas más estrechas. Esto puede explicarse por un menor gradiente de temperaturas en la pieza que favorece un crecimiento más homogéneo de las celdas. Se observa también, que las densidades de espuma más altas se logran a las velocidades de inyección más altas. Lo anterior puede explicarse por una mayor caída de presión, lo que favorece al proceso de nucleación. Sin embargo, los mejores niveles de resistencia al impacto se lograron a la condición de menor velocidad de inyección. Esto se puede explicar por la generación de mayor capa no espumada que en este caso favorece a la resistencia al impacto.

- **Porcentaje 2.3% y 2.8% de CO₂:**

Para concentraciones mayores de CO₂ (2.3 y 2.8%), se tiene que el incremento de la temperatura del molde a valores de 65 y 85°C incrementa el tamaño de las celdas, y por lo tanto, se obtiene una menor densidad de espuma (ver Figura 31 y Figura 32). Lo anterior se puede explicar por el efecto de mayor contenido de CO₂ en una baja cantidad de masa inyectada. Esta condición, también reduce la presión de inyección en la cavidad, haciendo que el proceso de nucleación sea menor. En estas condiciones de concentración de CO₂, el crecimiento del tamaño de las celdas llega a ser tan alto que lleva incluso al colapso, ruptura o superposición entre celdas. El proceso de espumado bajo estas condiciones es más caótico y aleatorio en cuanto a tamaños de celda y densidad de espuma. Esto sugiere, que para inyecciones de piezas de bajos volúmenes de inyección, como en este caso, es posible emplear una menor concentración de CO₂ (porcentajes menores al 2% de CO₂), con el fin de lograr un mejor control del proceso de espumado y por lo tanto, se pueda obtener una mejor morfología y calidad superficial.

Los resultados muestran que para lograr una mejor resistencia al impacto no solo se requiere una alta densidad de espuma. El lograr una capa o piel no espumada en la pieza también es un factor clave para mejorar esta propiedad. Es decir, que al combinar una densidad de espuma alta en el núcleo de la pieza y una mayor capa sin espumar se puede lograr una alta resistencia al impacto tal como se observa en la Figura 30 para la condición de proceso de temperatura de molde de 85°C, velocidad de inyección baja (50 mm/s) y un 2% de CO₂.

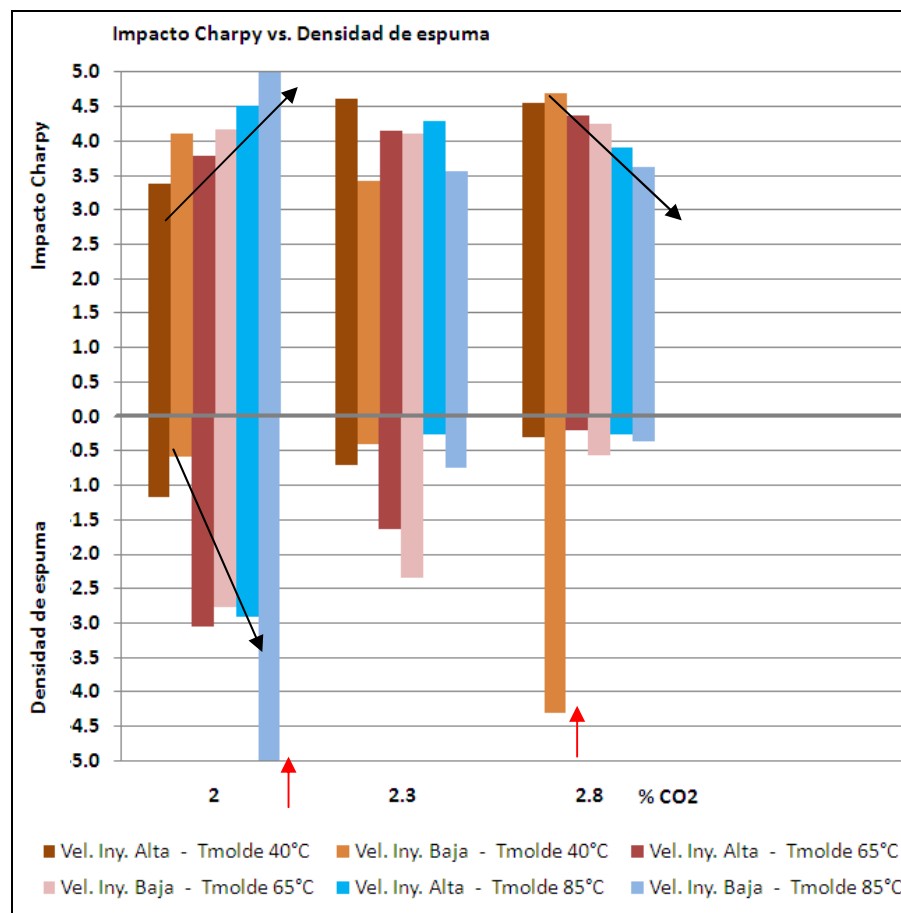


Figura 33. Tendencia de la resistencia al impacto con las condiciones de proceso y la densidad final de espuma.

En la Figura 33, se presenta en forma normalizada en una escala de 1 a 5 la resistencia al impacto y la densidad de espuma, correspondiendo el valor de 5 a la mayor resistencia al impacto y a la mayor densidad de espuma. De esta gráfica se observan dos tendencias claras, la primera es que a niveles de 2% de CO₂ la resistencia al impacto se mejora a medida que se

inyecta a temperaturas de molde más altas y a bajas velocidades de inyección. Relacionado con la densidad de espuma, se observa que su mayor nivel coincide la mayor resistencia al impacto. Sin embargo, en los otros dos niveles de porcentaje de CO₂, no se observa esta misma correlación. Lo anterior, se explica por que el control del espumado es mas difícil en los casos donde los porcentajes de CO₂ son mayores al 2.3%, con relación al bajo volumen de inyección requerido para llenar las cavidades del molde.

Para la resistencia al impacto en el nivel de 2.3% de CO₂ no se observa un comportamiento o tendencia clara y para 2.8% de CO₂ se observa un comportamiento inverso al que se registra en el nivel de 2%, donde a medida que se incrementa la temperatura del molde la resistencia al impacto se reduce. Se explica este comportamiento debido a un espumado menos fino bajo estas condiciones de proceso, por lo explicado del volumen de inyección bajo y mayores temperaturas de molde, generando una menor resistencia de fundido y mayor crecimiento de celdas. Esta morfología, desmejora el desempeño de la resistencia al impacto.

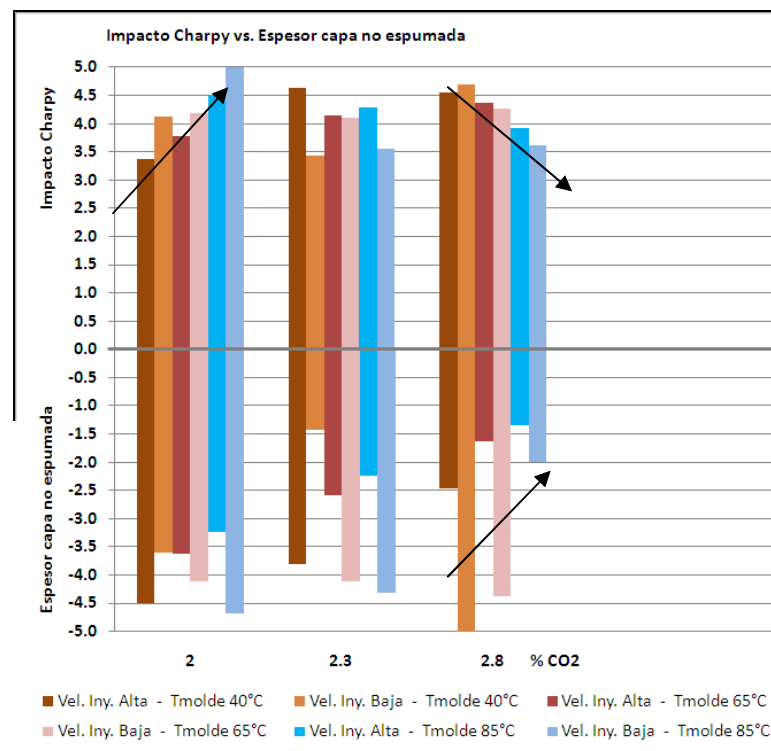


Figura 34. Tendencia de la resistencia al impacto con las condiciones de proceso y el espesor de piel no espumado.

En la Figura 34 se grafica el comportamiento de la resistencia al impacto vs el espesor de capa no espumada, definiendo esta última variable como la piel de capa en la sección transversal de la pieza que no presenta celdas o burbujas. Se observa una ligera tendencia o correspondencia, en la cual para los mayores espesores de capa no espumada corresponden los mayores niveles de resistencia al impacto. Sin embargo, ya que la determinación del espesor no espumado se hizo de forma puntual en la medida de morfología (ver Figura 29), en algunos casos esta medida no presenta una correspondencia o relación directa con la resistencia al impacto. Es decir, este valor puede variar dependiendo de la zona donde se haya tomado la medida morfológica. Al revisar la Figura 33 y Figura 34 se puede concluir que el efecto combinado de tener el núcleo de la pieza con alta densidad de espuma y tener una dimensión de espesor de capa no espumada adecuada, permite lograr un buen balance para conferirle a la pieza una mayor resistencia al impacto. Esta condición se logró en las dos siguientes condiciones:

- Velocidad de inyección baja (ver Figura 20) - temperatura de molde de 85°C – 2% de CO₂
- Velocidad de inyección baja (ver Figura 20) - temperatura de molde de 40°C – 2.8% de CO₂

El hecho que la condición del nivel de velocidad baja haya generado una mayor densidad de espuma, puede ser contradictorio con respecto a las recomendaciones generales que promueven el espumado, las cuales recomiendan la mayor velocidad de inyección posible para generar una mayor caída de presión. Sin embargo, para este caso el nivel de velocidad de inyección menor parece promover una mayor capa solidificada que, adicionalmente, restringe el llenado de la cavidad generando una caída de presión mayor.

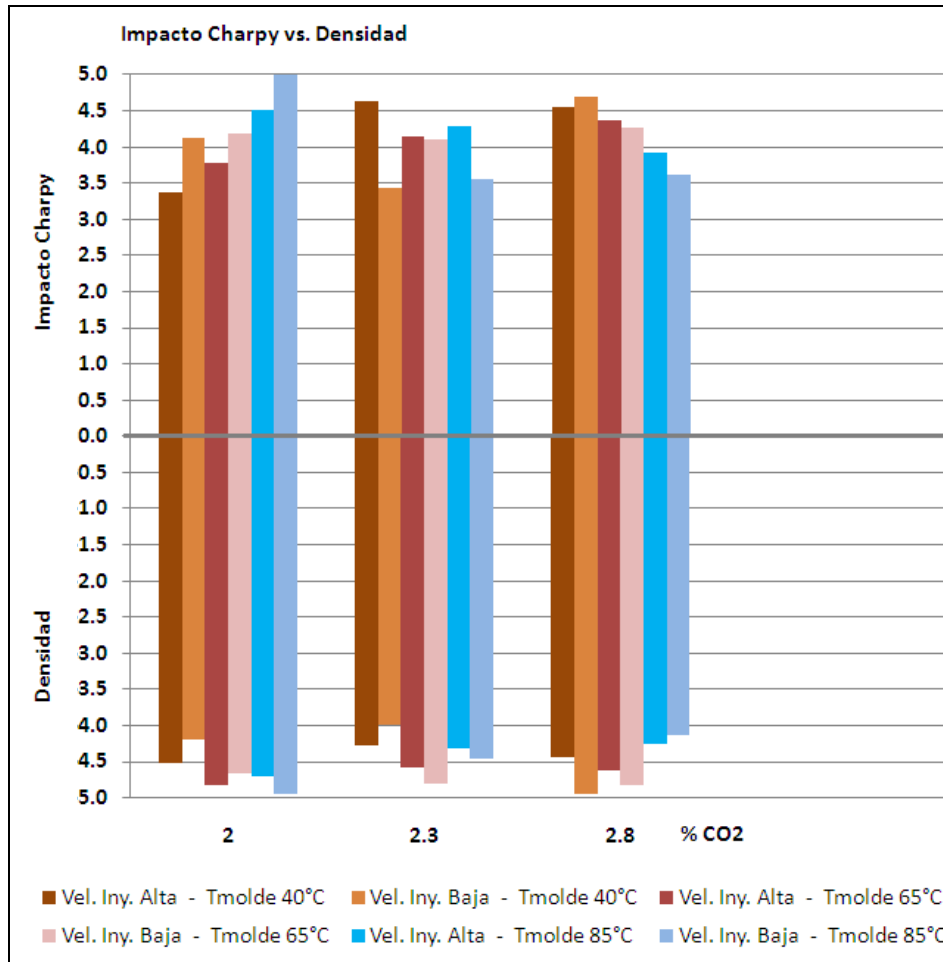


Figura 35. Tendencia de la resistencia al impacto con las condiciones de proceso y la densidad final del material.

La Figura 35, muestra la densidad final del material (g/cm^3) con respecto a la resistencia al impacto. Aunque no muestra una variación significativa entre las diferentes condiciones, si muestra una correspondencia en la cual para los mayores niveles de densidad se presenta las mayores resistencias al impacto.

- **Espumado con nanocargas.**

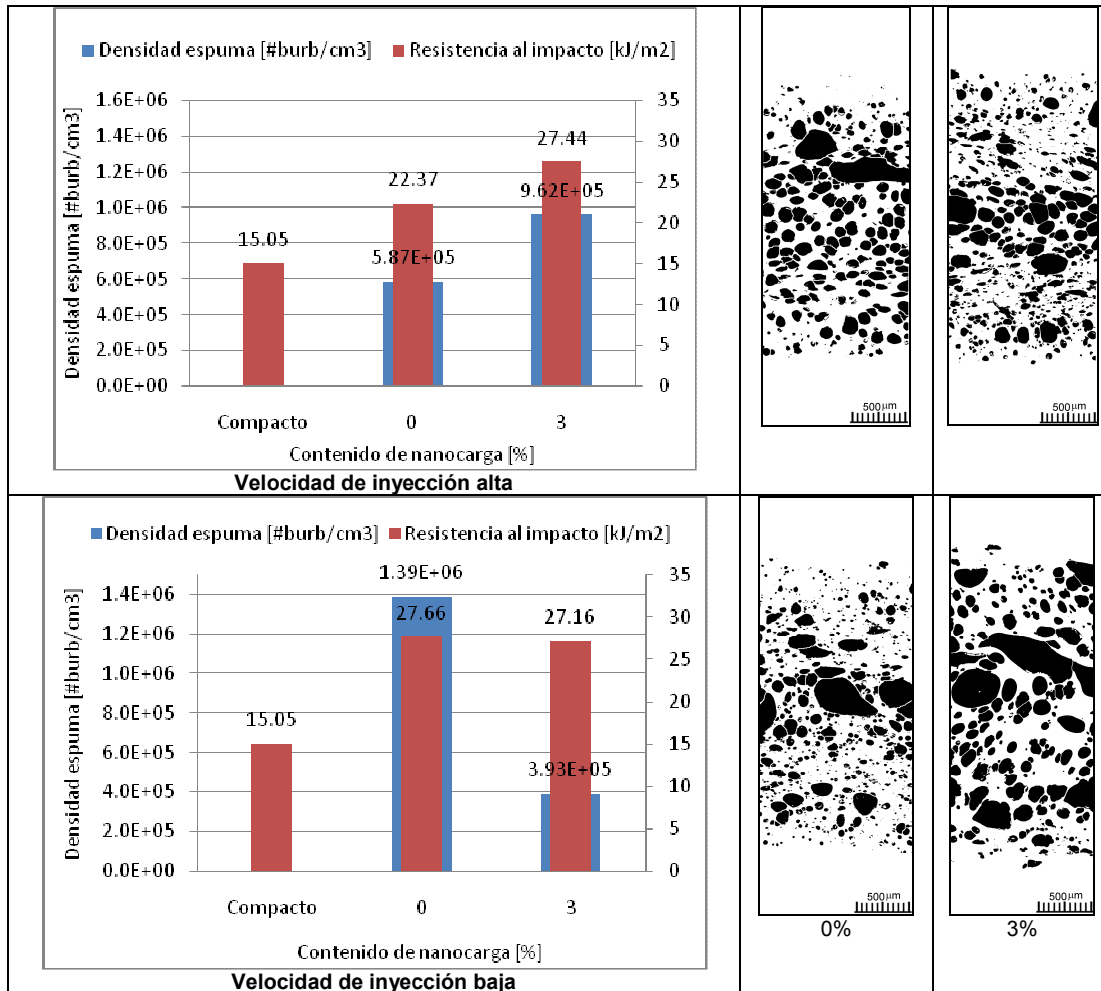


Figura 36. Variación de la morfología de espuma con el porcentaje de nanocarga y la velocidad de inyección a 2% CO₂ y temperatura de molde 65°C.

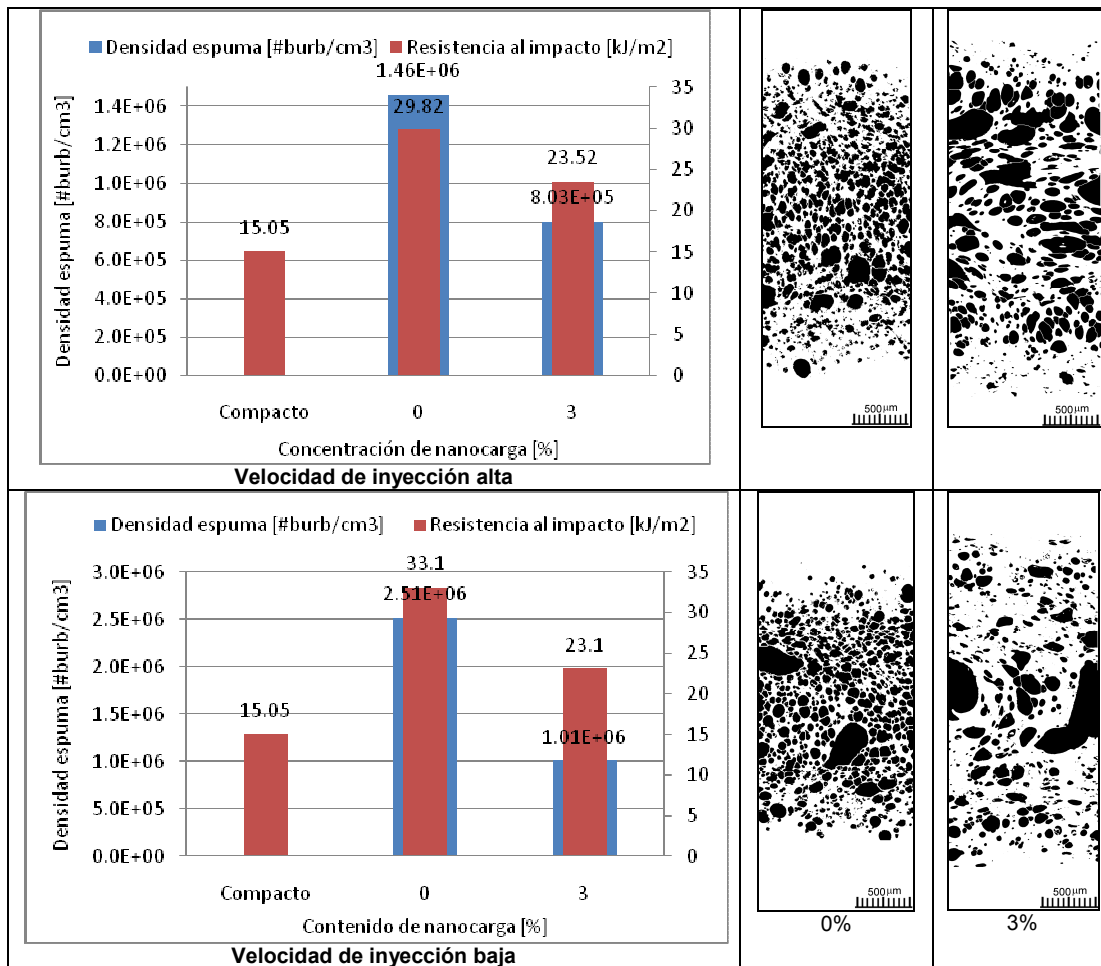


Figura 37. Variación de la morfología de espuma con el porcentaje de nanocarga y la velocidad de inyección a 2% CO₂ y temperatura de molde 85°C.

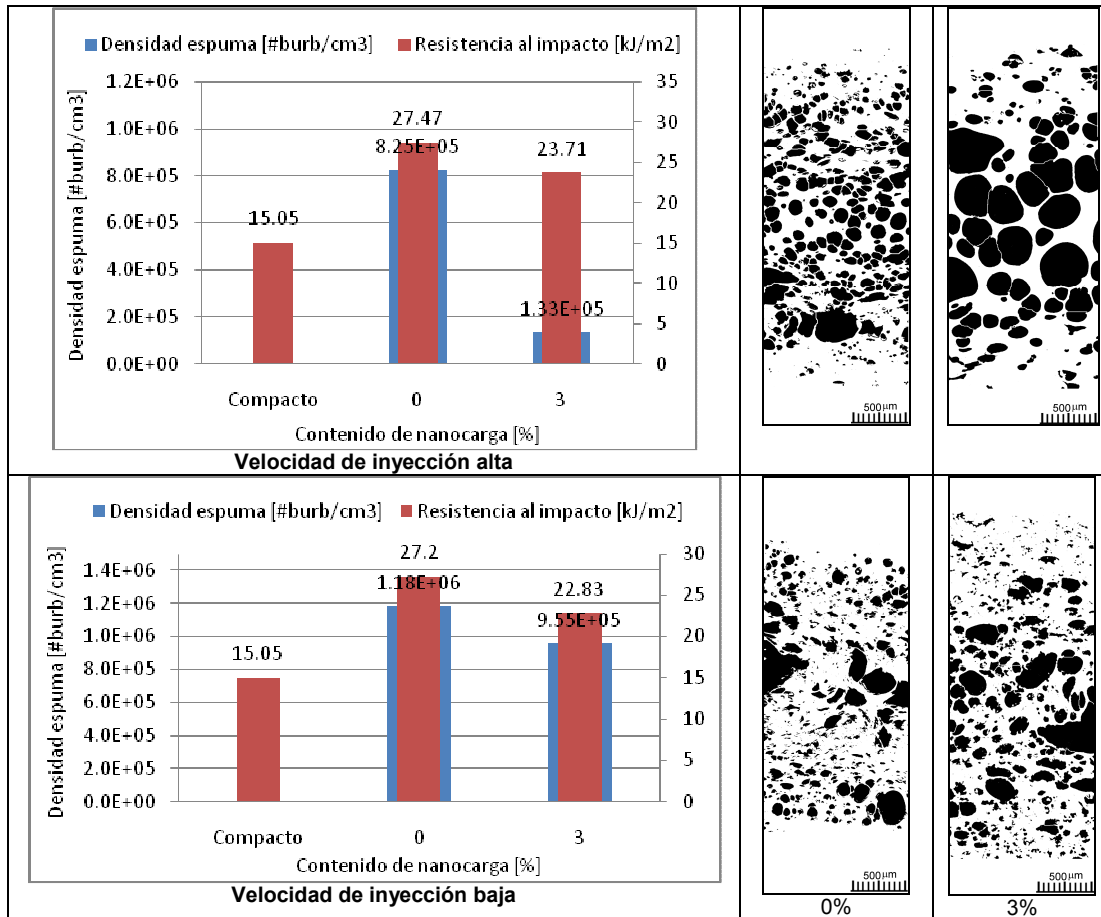


Figura 38. Variación de la morfología de espuma con el porcentaje de nanocarga y la velocidad de inyección a 2.3% CO₂ y temperatura de molde 65°C.

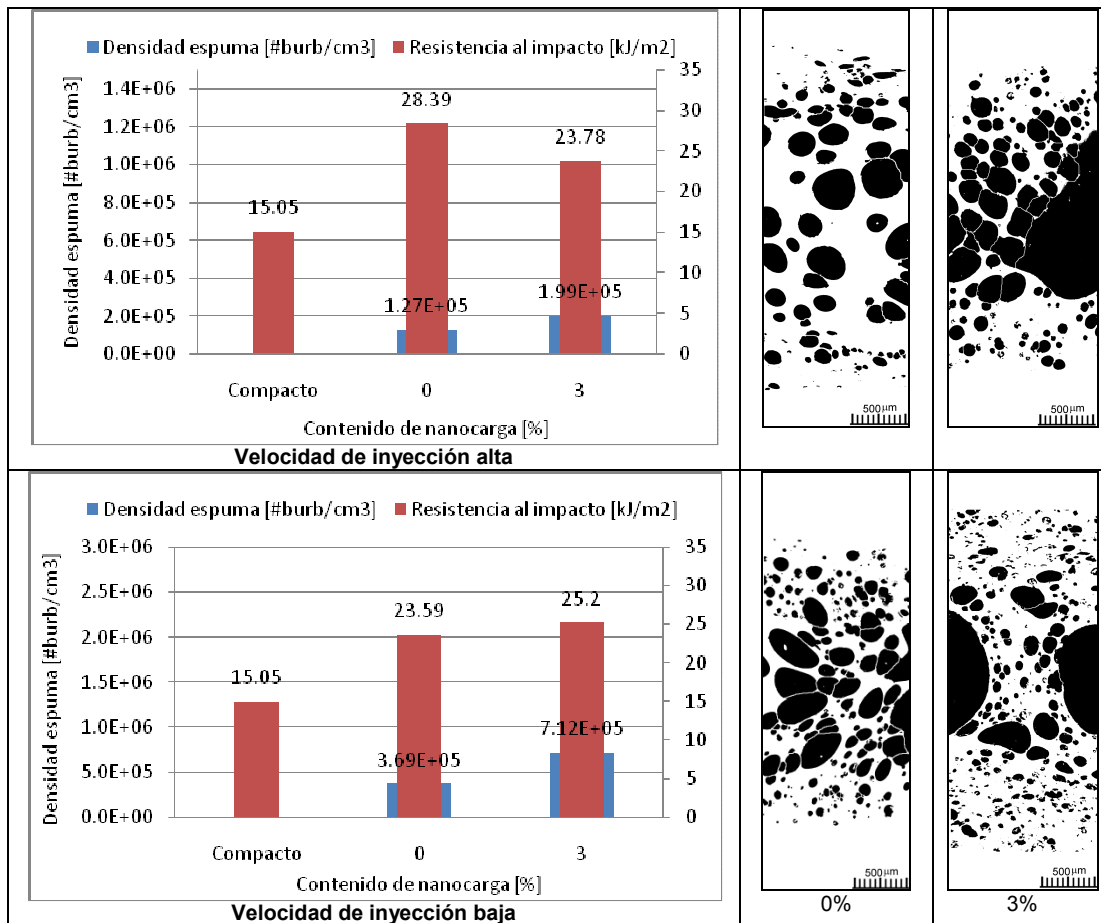


Figura 39. Variación de la morfología de espuma con el porcentaje de nanocarga y la velocidad de inyección a 2.3% CO₂ y temperatura de molde 85°C.

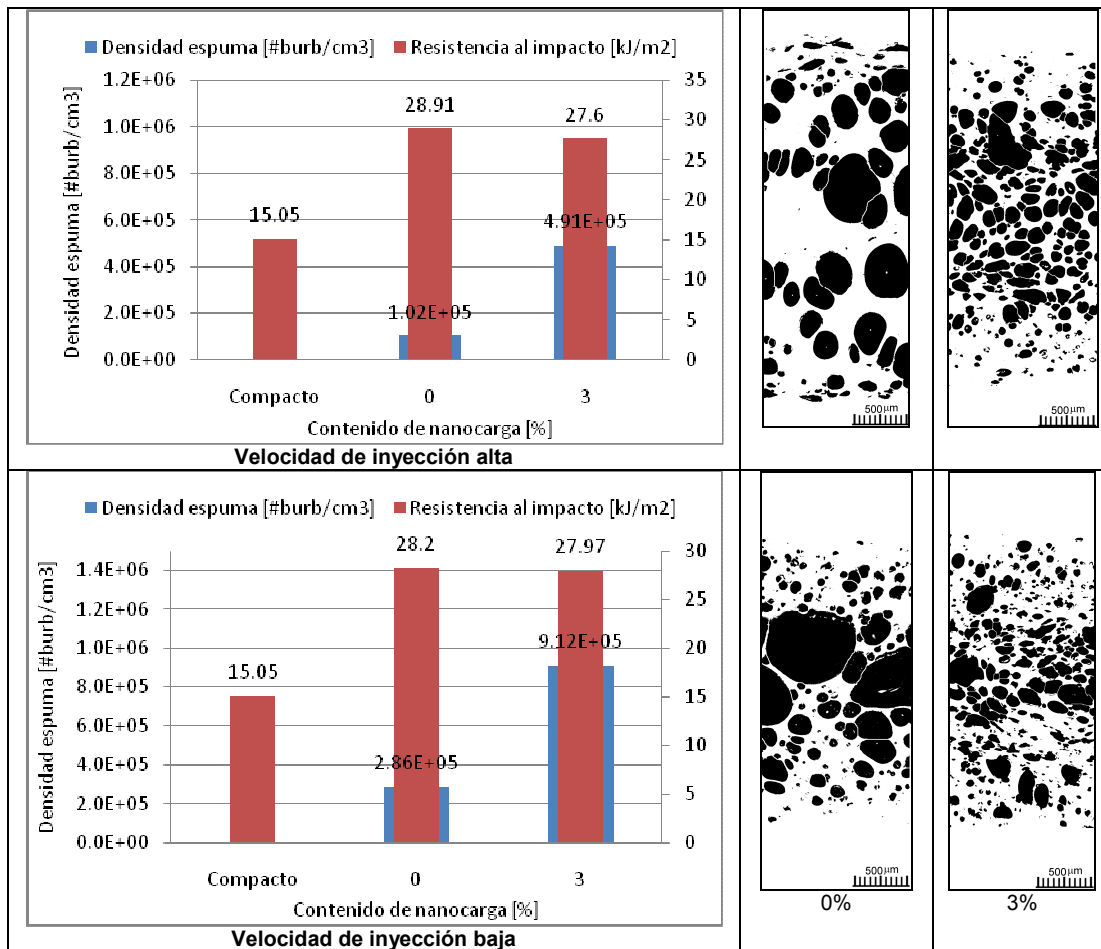


Figura 40. Variación de la morfología de espuma con el porcentaje de nanocarga y la velocidad de inyección a 2.8% CO₂ y temperatura de molde 65°C.

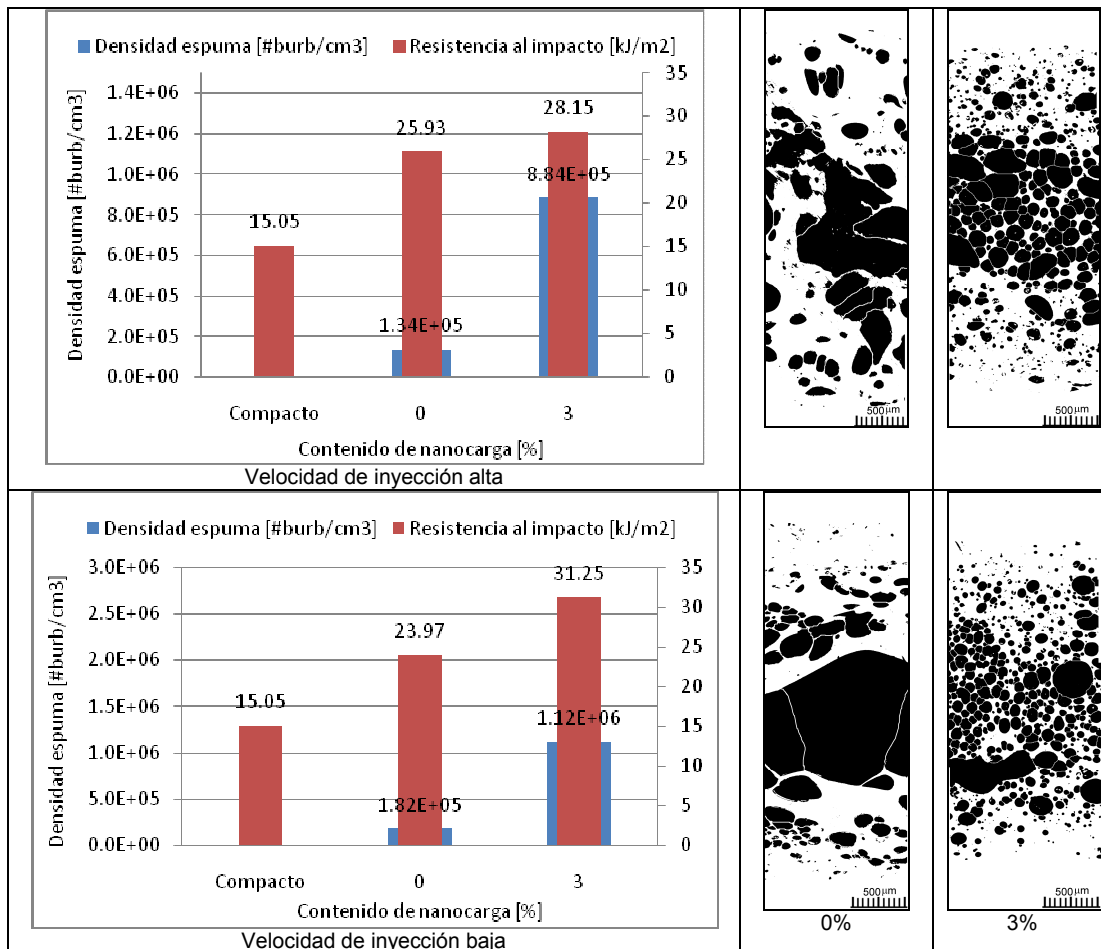


Figura 41. Variación de la morfología de espuma con el porcentaje de nanocarga y la velocidad de inyección a 2.8% CO₂ y temperatura de molde 85°C.

Los resultados anteriores muestran un efecto mas marcado sobre la morfología al incorporar un contenido de nanocargas de 3% y a la condición de 2.8% CO₂ (ver Figura 40 y Figura 41). A las condiciones de 2% y 2.3% de CO₂ (ver Figura 36 a Figura 39), no se muestra un efecto muy marcado de la acción de puntos de nucleación de las nanocargas.

Para comparar los resultados de incoportar el agente nucleante, a continuación se muestran diagramas de barras superponiendo los resultados de resistencia al impacto, densidad de espuma, espesor de capa no espumada y densidad de material para las piezas espumadas con y sin nano carga.

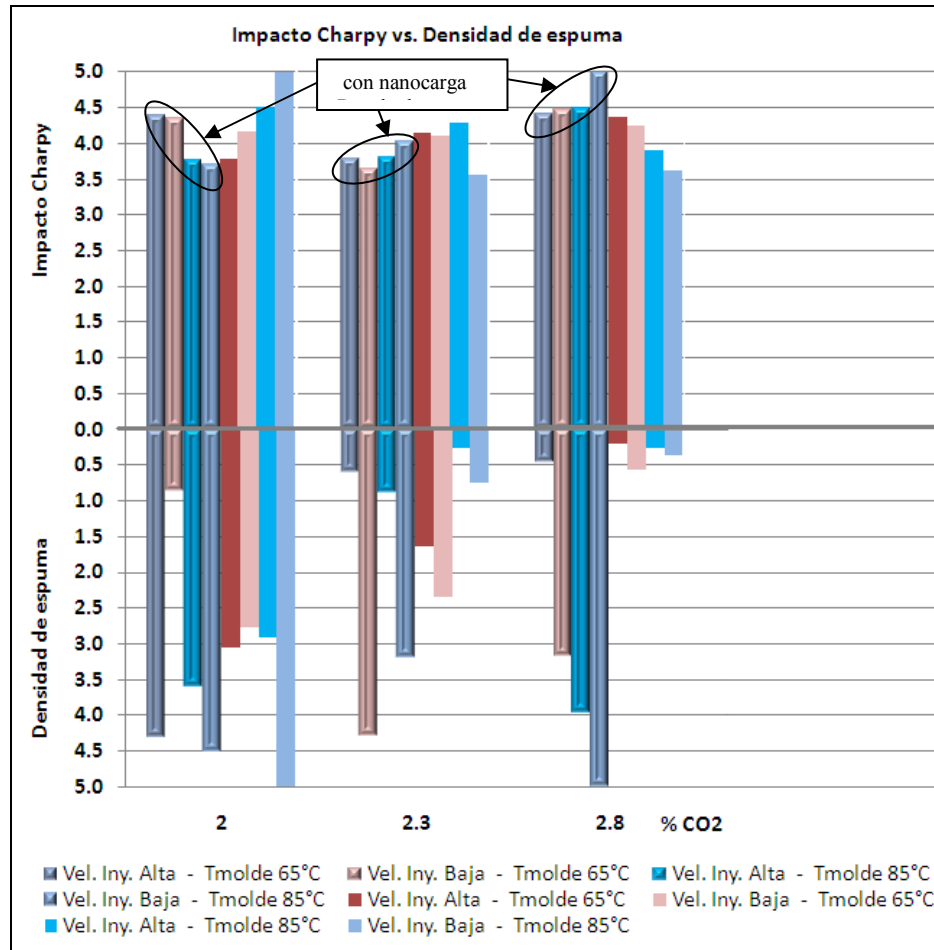


Figura 42. Tendencia de la resistencia al impacto con las condiciones de proceso y la densidad de espuma para piezas inyectadas con y sin nanocargas.

En la Figura 42, se observa que al incorporar las nanocargas al Policarbonato, la resistencia al impacto presenta una tendencia diferente a la mostrada por el material no cargado. Empleando nanocargas para un 2% de CO₂, la mayor resistencia al impacto se presenta para la menor temperatura de molde (65°C para este caso). Para un 2.8% de CO₂, la mayor resistencia al impacto se presenta para la mayor temperatura de molde (85°C). Bajo estas condiciones se obtuvieron igualmente las mayores densidades de espuma. Lo anterior puede explicarse por el hecho que al tener mayor concentración de CO₂ se puede generar una mayor cantidad de puntos de nucleación, al tener la presencia de las nanocargas. Para este caso específico coincide la mayor densidad de espuma con la mayor resistencia al impacto.

En el nivel intermedio de concentración de CO₂ de 2.3% al igual que en las inyecciones sin nanocarga no se tiene una tendencia definida.

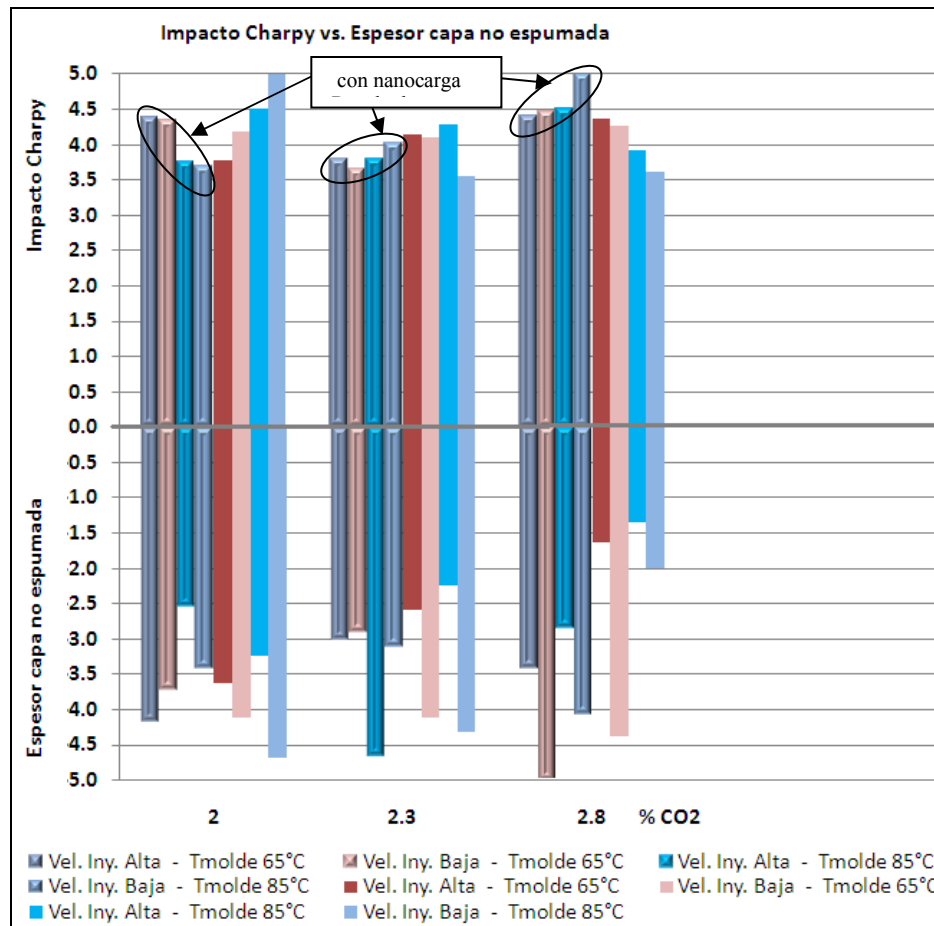


Figura 43. Tendencia de la resistencia al impacto con las condiciones de proceso y el espesor de capa no espumado para piezas inyectadas con y sin nanocargas.

En las piezas inyectadas con nanocargas al 2% de CO₂, la mayor resistencia al impacto se presenta en las piezas que tienen el mayor espesor de capa no espumada. Para una concentración de 2.8% de CO₂, el espesor obtenido contribuye a una mejor prestación mecánica al impacto (ver Figura 43). Para esta concentración de CO₂ se puede obtener una alta resistencia al impacto al combinar una alta densidad de espuma con un espesor de capa no espumada (ver Figura 42).

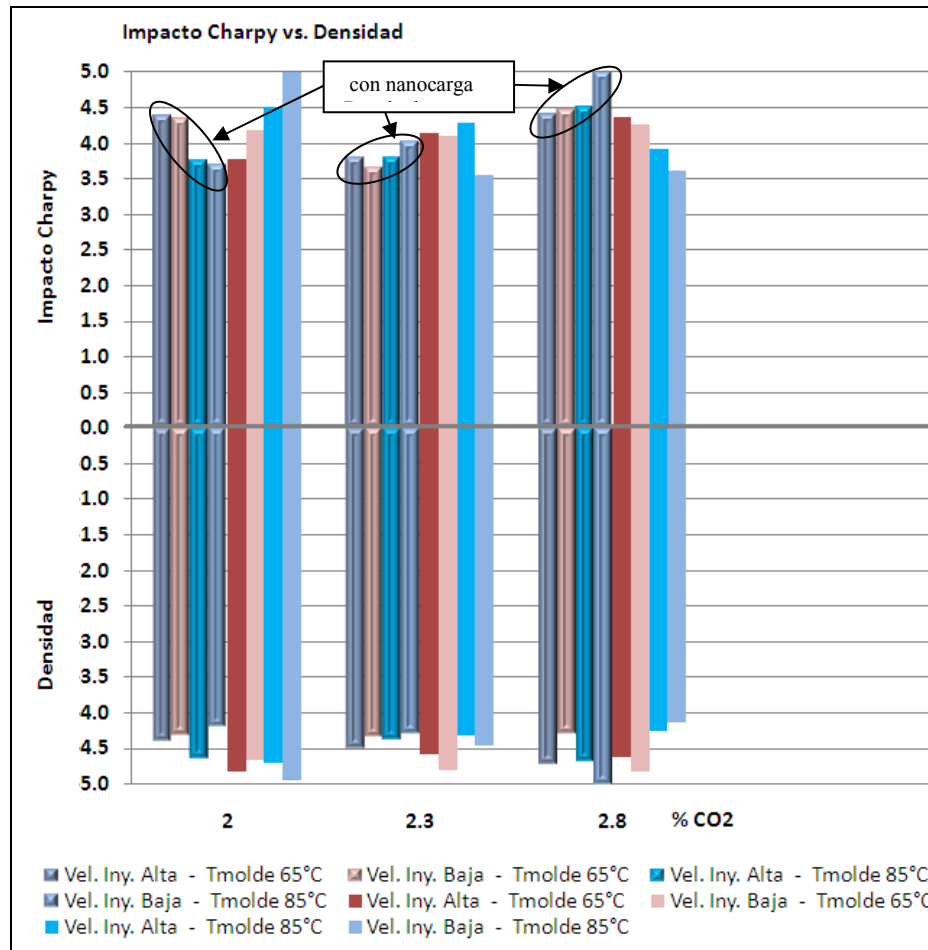


Figura 44. Tendencia de la resistencia al impacto con las condiciones de proceso y el espesor de capa no espumado para piezas inyectadas con y sin nanocargas.

Con respecto a la densidad final del material (g/cm^3), no se observa una tendencia clara salvo que los niveles de densidad son más uniformes y que al nivel de 2.8% de CO_2 coincide una mayor densidad de material (g/cm^3) y resistencia al impacto (ver Figura 44).

En general se puede encontrar que para las piezas con alta densidad de espuma, se obtiene la mayor resistencia al impacto, debido a la capacidad de absorción de energía de la estructura espumada de la pieza.

Las relaciones de la propiedad mecánica de impacto sobre la densidad obtenida ($\text{kJ/m}^2/\text{g/cm}^3$), en este caso, siempre favorecen a la pieza espumada por un incremento en resistencia al impacto a pesar de la reducción en la densidad.

Las tres relaciones más altas de impacto charpy / densidad ($\text{kJ/m}^2/\text{g/cm}^3$) fueron las siguientes:

Tabla 4. Relaciones de impacto charpy/densidad mayores obtenidas.

Velocidad inyección	% CO_2	Temperatura de molde $[\text{°C}]$	Porcentaje de nanocarga	Impacto charpy/densidad $[\text{kJ/m}^2/\text{g/cm}^3]$	Densidad espuma $[\text{\#celdas/cm}^3]$	Tamaño promedio celda $[\mu\text{m}]$	Figura
Nivel alto	0	85	0	12.59	0	-	Figura 36
Nivel alto	2	85	0	31.85	1.46 E06	48.75	Figura 37
Nivel bajo	2	85	0	33.69	2.51 E06	50.56	Figura 37
Nivel alto	2.3	85	0	33.09	1.27 E05	90.21	Figura 39

Al observar las condiciones de la Tabla 4, se encontró que las densidades de espuma obtenidas fueron las más altas con el 2% de CO_2 . Lo anterior corrobora que una mayor densidad de espuma (\#celdas/cm^3) favorece una mejor resistencia al impacto e incluso una mejor relación resistencia al impacto/densidad ($\text{kJ/m}^2/\text{g/cm}^3$). En general, para porcentaje de CO_2 mayores de 2% y especialmente para 2.8%, se encontró que la incorporación de nanocargas incrementa la densidad de espuma (\#celdas/cm^3), con respecto a las piezas espumadas sin nanocargas a las mismas condiciones de proceso.

A continuación se presentan los resultados de las variaciones de las propiedades de impacto y densidad de las piezas espumadas con y sin agentes nucleantes (nanocarga).

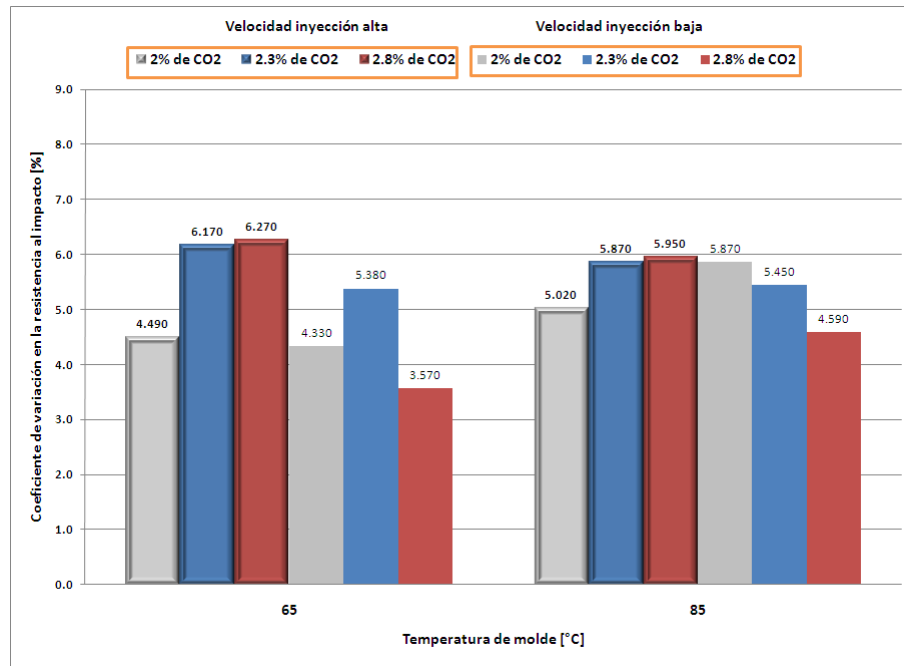


Figura 45. Coeficiente de variación de la resistencia al impacto piezas espumadas sin nanocarga.

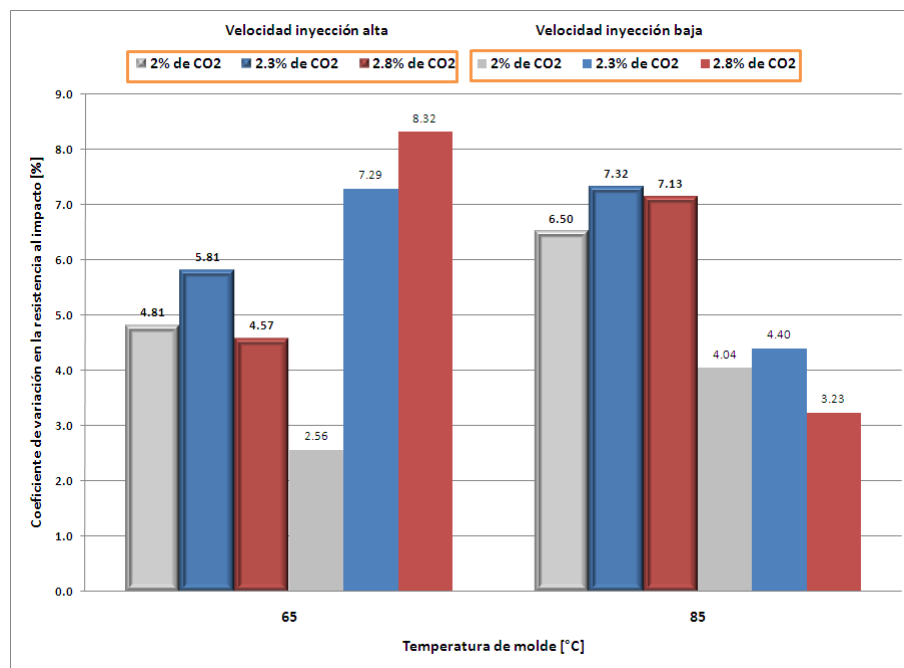


Figura 46. Coeficiente de variación de la resistencia al impacto piezas espumadas con nanocarga.

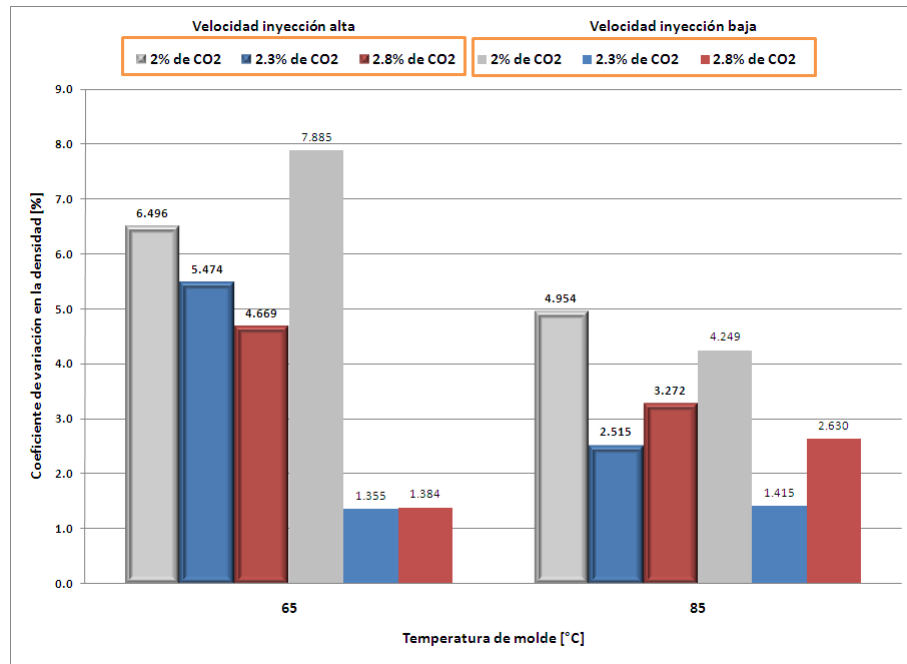


Figura 47. Coeficiente de variación de la densidad de material en piezas espumadas sin nanocarga.

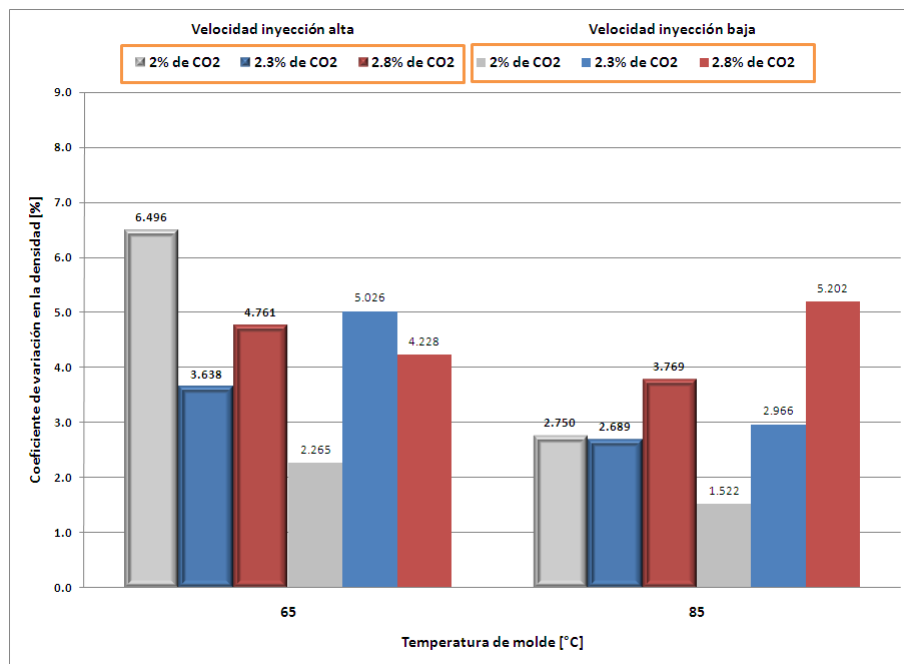
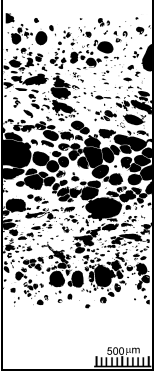
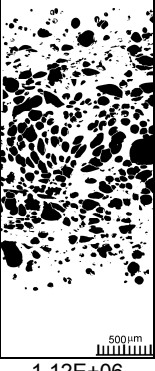


Figura 48. Coeficiente de variación de la densidad de material en piezas espumadas con nanocarga.

En general, los resultados de los coeficientes de variación en el impacto y densidad del material de las piezas espumadas muestran una variabilidad alta (Figura 45 a Figura 48). En algunos casos incluso se presentaron coeficientes de variación mayores para condiciones de proceso empleando nano cargas. Debido a que tanto para el material espumado sin nanocarga y con nanocarga, se presenta un coeficiente de variación alto para la densidad de material y la resistencia al impacto, una hipótesis que se puede exponer es que las concentraciones de CO₂ pueden ser altas para el volumen de inyección relativamente bajo (18 cm³). Se realizaron algunos ensayos adicionales a concentraciones de CO₂ inferiores al 2% (1.8% y 1.5%) A continuación se muestran los resultados.

Tabla 5. Piezas espumadas a porcentajes de CO₂ inferiores al 2%.

Condición de proceso	Resistencia al impacto [kJ/m ²]	Coefficiente variación – resistencia al impacto [%]	Coefficiente variación – densidad material [%]	Densidad de espuma [#celdas/cm ³]
Tmolde / Vel.iny. / %CO ₂ / %nanocarga 65/100/1.8/0	33.67	3.42	2.19	 1.41E+06
Tmolde / Vel.iny. / %CO ₂ / %nanocarga 65/100/1.5/0	34.54	4.68	2.32	 1.12E+06

El proceso para porcentajes menores de CO₂ sigue presentando variabilidad, manifestado en un coeficiente de variación aún alto. Sin embargo, los niveles de resistencia al impacto aumentan con una reducción en peso por encima del 20%.

6.4.1 Validación de propiedades de impacto de las piezas espumadas.

Como procedimiento para validar el proceso de espumado por absorción directa en gránulos y su posterior inyección, se hizo un comparativo entre el proceso desarrollado en la presente investigación y el proceso de espumado Mucell optimizado con la tecnología de gas contrapresión, de acuerdo a estudios hechos por Andrzej K. Bledzki[2] y colaboradores. Se comparó la resistencia al impacto Charpy de piezas en Policarbonato hecho bajo la norma DIN EN ISO 179 con geometrías tipo 1EA (80mm x 10mm x 4 mm) y ranura A (r=0.25mm).

En el proceso Mucell, se hizo el espumado empleando como agente espumante el Nitrógeno, a diferencia del proceso propuesto en el que se empleó Dióxido de Carbono. En el siguiente gráfico se confrontan resultados de resistencia al impacto de piezas espumadas bajo los dos procesos.

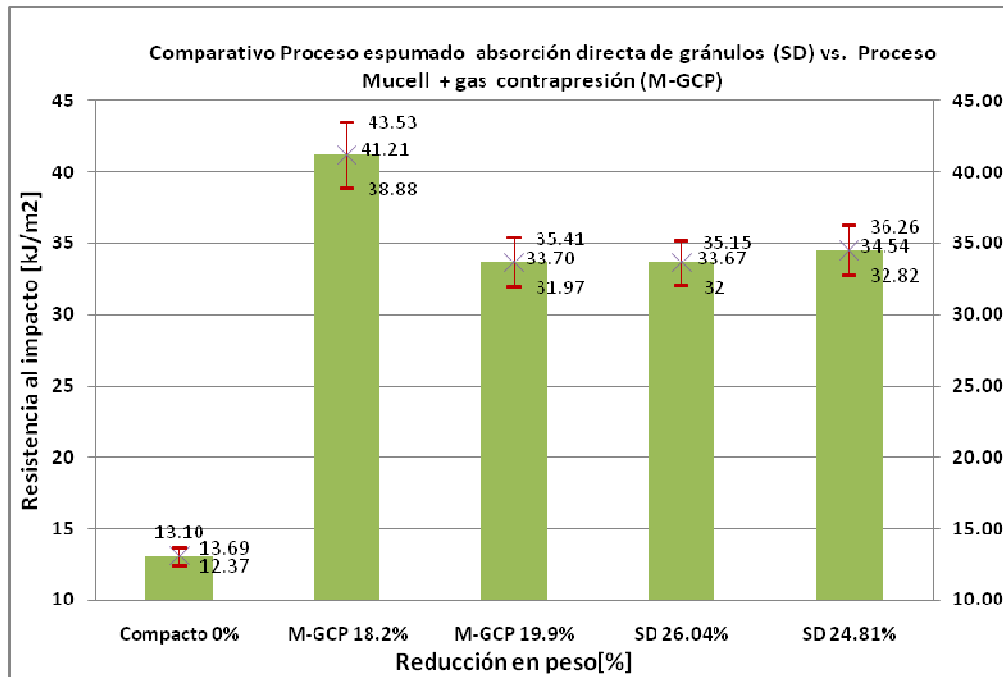


Figura 49. Comparativo proceso del proyecto (absorción directa en gránulos SD) vs Proceso Mucell + Gas contrapresión (M-GCP).
(fuente ICIPC^[31] - Andrzej K. Bledzki^[2]).

La mejor resistencia al impacto se obtiene en el proceso Mucell, lo cual se explica por un mejor control de la calidad superficial de la pieza al implementar la tecnología de gas contrapresión [32-33]. Si bien con el proceso propuesto en el presente proyecto, no se logran niveles de resistencia al impacto mayores a las piezas espumadas por el proceso Mucell si se obtienen niveles de resistencia al impacto con una muy buena relación de propiedad mecánica vs reducción en peso (ver Figura 49).

Se observa igualmente en el proceso Mucell una variación similar de los valores de la resistencia al impacto a la encontrada en el presente trabajo, lo cual confirma que es estos niveles de variabilidad son normales para este tipo de procesos y piezas inyectadas. Adicionalmente, al emplear Nitrógeno como agente espumante, se puede obtener un grado de espumado mayor que al emplear dióxido de carbono[23]. Teniendo en cuenta estos factores, se puede ver que con la tecnología implementada, se pueden obtener piezas con propiedades de resistencia al impacto altas y cercanas a las obtenidas con tecnologías de punta como la de Mucell con gas contrapresión.

7 CONCLUSIONES Y RECOMENDACIONES.

7.1 CONCLUSIONES.

7.1.1 Conclusiones generales.

- Se implementó un proceso de espumado alternativo, económico y con piezas espumadas de propiedades similares a las reportadas en la literatura, obtenidas en estudios basados en procesos tradicionales.
- Es posible adecuar y mejorar el proceso de espumado planteado, con y sin agentes nucleantes ajustando las condiciones de proceso.
- Se lograron encontrar las condiciones de proceso mejoradas, para un adecuado proceso de incorporación del agente espumante en el polímero a inyectar (absorción y desorción de CO₂).
- Se determinó la influencia y el efecto de las condiciones de proceso de inyección, que afectan el espumado empleando agentes nucleantes.
- Se determinó la influencia de la morfología en las propiedades finales de la pieza inyectada (tensión, impacto).

7.1.2 Conclusiones proceso absorción y desorción de CO₂.

- Se obtuvieron condiciones de proceso mejoradas (menor tiempo de absorción), para lograr una adecuada retención del agente espumante en el polímero, comparado con lo reportado en la literatura.
- La condición clave para tener un material en estado sólido correctamente saturado, es encontrar un lapso de tiempo lo suficientemente amplio, en donde la pérdida de CO₂ presente en el material plástico (pellets) sea baja. Este tiempo corresponde a la ventana de tiempo para la producción de las piezas espumadas por inyección.
- Se obtuvo una adecuada absorción del polímero con el agente nucleante al 5% de concentración. Con esta concentración del agente nucleante, la pérdida del agente espumante se presenta de forma más lenta.

7.1.3 Conclusiones obtención compuesto PC + agente nucleante.

- El uso del agente nucleante en las piezas de tensión incrementa el grado de espumado (mayor densidad de celda y tamaño promedio menor). Sin embargo, no es condición suficiente para favorecer la resistencia a la tensión, se debe tener en cuenta también la capa o piel no espumada.
- En las probetas de impacto, el agente nucleante mejoró el espumado con respecto a las piezas espumadas sin agente nucleante, a temperaturas de molde mayores 65°C y 85°C, bajo concentraciones de agente espumante de 2.3% y 2.8%.
- La concentración de un 3% de agente nucleante puede ser suficiente para mejorar el espumado. Si bien el espumado mejora en algunos casos con una concentración del 5%, las propiedades no mejoran ostensiblemente y en el caso de la resistencia a la tensión se cae en gran medida. Adicionalmente, el agente nucleante empleado es costoso e incrementar su concentración puede encarecer el producto espumado pensando en un proceso productivo.

7.1.4 Conclusiones proceso de inyección y propiedades pieza espumada.

- Se determinaron los niveles requeridos de contrapresión en la unidad de plastificación, para asegurar una adecuada dispersión del agente espumante y nucleante en la masa fundida a inyectar.
- Se determinaron los perfiles de inyección y los volúmenes de inyección requeridos para mejorar el espumado de las piezas inyectadas a lo largo del recorrido de inyección.
- Al emplear 3 moldes diferentes (ver anexo 10.2.1) se evaluaron 3 niveles de capacidad de plastificación de la inyectora, encontrándose que para capacidades entre 20 y 70% de la inyectora, la variable de contrapresión es suficiente para dispersar el agente espumante.
- Por debajo del 20% de la capacidad de plastificación de la inyectora, se debe encontrar la concentración máxima requerida de agente espumante para el volumen de inyección requerido.
- Para niveles superiores de 3% de agente espumante el proceso de espumado es difícil de controlar con un espumado excesivo.
- De las piezas espumadas obtenidas con una mejor eficiencia en la resistencia a la tensión, se puede ver que empleando un porcentaje en nanocarga de 5 %, se puede

incrementar la densidad de espuma (1.7 E06 celdas/cm³) y la reducción en peso(23.13%).

- Para las piezas de impacto, se encontró que el nivel de espumado se lograba mejorar (densidad espuma alto) más fácilmente a porcentajes a 2% o inferiores de CO₂ sin emplear nanocargas. Para porcentajes altos de 2.8% CO₂, se logró mejorar el espumado cuando se aplicaron agentes nucleantes. En ambos casos se logró obtener también una mejor resistencia al impacto.
- La comparación del proceso de espumado por inyección propuesto en la presente investigación, con respecto al proceso Mucell entregó resultados satisfactorios, en el sentido de obtener niveles de resistencia al impacto aunque ligeramente inferiores a los obtenidos con respecto al proceso Mucell, pero con mayores reducciones en peso . Esto sumado al hecho que la calidad superficial de las piezas espumadas por el proceso Mucell, que emplea la tecnología de gas contrapresión en la cavidad[32-33], son mejores a las piezas espumadas por el proceso propuesto. A pesar de esto, el desempeño mecánico al impacto obtenido fue muy bueno.
- Las piezas espumadas por inyección presentan altas variabilidades en las propiedades, tanto en el presente estudio como en otros estudios reportados en la literatura, los cuales emplean otras tecnologías. Este hecho dificulta la realización de un análisis estadístico riguroso del efecto de las variables de proceso en las propiedades mecánicas.

7.2 RECOMENDACIONES DE LA TECNOLOGÍA DE ESPUMADO PROPUESTA.

- Con respecto al proceso de absorción, es posible mejorar el equipamiento de tal forma que se pueda realizar el monitoreo de la concentración de CO₂ por peso de una forma automática, tanto durante el proceso de absorción como en el proceso de desorción. Actualmente, este proceso se hace de forma manual y no es posible medir la concentración durante la absorción. Las mediciones sólo se pueden realizar en el momento de terminar el proceso de absorción. El hecho de determinar la concentración en peso en forma manual, también puede inducir algún error o ruido a esta medida.
- Asegurando las condiciones de estado supercrítico de CO₂ (31°C y 70 bar), se puede mejorar la absorción de Policarbonato y los tiempos se pueden reducir ostensiblemente. Sin embargo, lograr esta condición implica una mayor inversión en infraestructura y equipos, tales como resistencias de calefacción con la capacidad para transferir el calor en recipiente a presión de pared gruesa y de gran tamaño. Adicionalmente, se requerirá un buen sistema de control de temperatura.

- Es importante para futuros trabajos, evaluar otros tipos de agentes nucleantes de diferentes tamaños de partículas, para determinar la influencia de esta propiedad sobre la morfología y la densidad de celda de la espuma.
- Evaluar la posibilidad de adecuar una de las tecnologías complementarias existentes (gas contrapresión, moldes respirables, etc), con el fin de mejorar la calidad superficial de las piezas inyectadas.
- Evaluar posibilidad de llevar el proceso a escala industrial, analizando la logística de tiempos de obtención del material granulado con el agente espumante.

8 LISTA DE SÍMBOLOS Y ABREVIATURAS.

ABS	Acrilonitrilo Butadieno Estireno
CO	Monóxido de Carbono
CO ₂	Dióxido de Carbono
CaCO ₃	Carbonato de Calcio
SiO ₂	Dióxido de Silicio
TiO ₂	Dióxido de Titanio
Cp	Calor Específico
EAFIT	Escuela de Administración, Finanzas y Tecnología
ICIPC	Instituto de Capacitación e Investigación del Plástico y del Caucho
N ₂	Nitrógeno
PC	Policarbonato
PS	Poliestireno
PTFE	Politetrafluoretileno
PVC	Policloruro de Vinilo
SBR	Butadieno-estireno
α	Difusividad Térmica
ρ	Densidad
%	Porcentaje
μm	Micrones

9 BIBLIOGRAFÍA.

1. Hwang, S.-S., S.-C. Chen, and M.-H. Chung, *Study on the Mechanical Properties of Microcellular Injection Molded Parts*. ANTEC, 2005: p. 5.
2. Bledzki, A.K., et al., *Notched impact strengths of compact and microcellular polycarbonate*. ANTEC, 2005: p. 5.
3. Edwards, S.A., et al., *An investigation of microcellular injection moulding on the structure-property relationships of engineering thermoplastics used in exterior automotive applications*. ANTEC, 2004: p. 5.
4. Kramschuster, A., et al., *Warpage Comparison Between Microcellular and Conventional Injection Molding*. 2005: p. 5.
5. Michaeli, W., *Saving time by foam injection molding*. ANTEC, 2004: p. 5.
6. Habibi-Naini, S. and C. Schlummer, *A New and Flexible Process for Thermoplastic Foams*. ANTEC, 2005: p. 5.
7. Reverchon, E. and S. Cardea, *Production of controlled polymeric foam by supercritical CO₂*. *The Journal of supercritical fluids*. 2007: p. 9.
8. fu, J., C. Jo, and H. Naguib, *The effect of the processing parameters on the mechanical properties of PMMA Microcellular foams*. ANTEC, 2005: p. 5.
9. Rachtanapun, P., L.M. Matuana, and S.E.M. Selke, *Cell Morphology and Impact Strength of Microcellular Foamed HDPE/PP Blends*. ANTEC, 2003: p. 5.
10. Zheng, W. and C.B. Park, *Clay exfoliation and content effect in nylon nanocomposite foam*. ANTEC, 2005: p. 5.
11. Shen, J., X. Han, and L.J. Lee, *Nucleation and Reinforcement of carbons nanofibers on Polystyren nanocomposite foam*. ANTEC, 2005: p. 5.
12. Chandra, A., et al., *Cell Development in Microcellular Injection Molded Polyamide-6, Nanocomposite and Neat Resin*. ANTEC, 2004: p. 5.
13. Yuan, M., et al., *Crystallization behaviour of polyamide 6 microcellular nanocomposites*. 2004: p. 5.
14. Yuan, M., et al., *Microcellular nanocomposite injection molding process*. ANTEC, 2003: p. 5.
15. Lee, J.J., et al., *Polymer nanocomposite foams*. *Composites science and technology*. 2005: p. 19.
16. Florez, L., *Investigación de espumas en Policarbonato por el proceso de inyección*. 2008. p. 170.
17. Osswald, T., L. Turng, and P. Gramann, eds. *Injection molding handbook*. Segunda edición ed., ed. H. Publishers. 2008: Munich.
18. Stevenson, J., ed. *Innovation in Polymer Processing: Molding*. ed. H. Publishers. 1996: Munich.
19. Maier, C. and T. Calafut, eds. *Polypropylene the definitive user's guide and data book*. *Plastics Design Library*. 1998.
20. Gibson, L. and M. Ashby, eds. *Cellular solids: Structure and properties.*, ed. P. Press. 1998.

21. Lee, J., et al., *Use of injection speed profile to achieve a uniform void fraction distribution in injection molded structural foams*. ANTEC, 2007: p. 5.
22. Bledzki, A., J. Kuhn, and K. H., *Microcellular injection molding of pp and pc/abs with precision mold opening and gas counterpressure*. SPE's ANTEC, 2007: p. 5.
23. Trexel, I., *A GUIDE TO THE MUCELL® MICROCELLULAR FOAM INJECTION MOLDING PROCESS*.: p. 28.
24. Database, G.T.P. 2009 [cited 2009; Available from: <https://www.ticonaphotos.com/sites/PhotoDB/PL/Forms/DispForm.aspx?ID=1409>.
25. Chemtech, S. 2009; Available from: http://www.sulzerchemtech.com/en/desktopdefault.aspx/tabid-568/733_read-8650/.
26. Lin, C.-K., et al., *Study on mechanical properties of abs parts in microcellular injection molding process*. ANTEC, 2005: p. 5.
27. Kumar, V. and J. Weller, *Production of microcellular polycarbonate using carbondioxyde for bubble nucleation*. Journal of Engineering for Industry, 1994. **116**: p. 8.
28. Xu, J. and D. Pierick, *Microcellular foam processing in reciprocating-screw injection moulding machines*. 2001(Trexel, Inc).
29. Zhai, W., et al., *Heterogeneous nucleation uniformizing cell size distribution in microcellular nanocomposites foams*. 2006: p. 10.
30. Chen, L., R. Straff, and X. Wang, *Effect of filler size on cell nucleation during foaming process*. ANTEC, 2001: p. 5.
31. Carvajal, A.N. and C.A.V. I., *Desarrollo de espumas estructurales de Policarbonato con una morfología optimizada y reproducible mediante el uso de cargas como agente de siembra y un gas espumante*. 2010, Instituto de Capacitación e Investigación del Plástico y del Caucho. ICIPC: Medellín.
32. Michaeli, W. and A. Cramer, *INCREASING THE SURFACE QUALITY OF FOAMED INJECTION MOLDED PARTS*. ANTEC, 2006: p. 5.
33. Bledzki, A.K., et al., *POLYCARBONATE MICROFOAMS WITH A SMOOTH SURFACE AND HIGHER NOTCHED IMPACT STRENGTH*. ANTEC, 2004: p. 5.
34. Chen, S.-C., et al., *Study on Pressure Control Device to Improve Foaming Uniformity for the Injection Molding Microcellular Foaming Process*. ANTEC, 2007: p. 5.
35. Lee, J.W.S., et al., *Effect of Cavity Pressure Profile on the Cellular Morphology of Injection-Molded HDPE Structural Foams*. ANTEC, 2008: p. 5.
36. Eaves, D., ed. *Handbook of Polymer Foams*. ed. R. Technology. 2004. 304.
37. International, A., *Standard Test Method for Cell Size of Rigid Cellular Plastics*, in *D 3576 – 04*. 2004. p. 5.
38. Gosselin, R. and D. Rodrigue, *Cell morphology analysis of high density polymer foams - Test Method*. Polymer Testing, 2005: p. 9.
39. Rasband, W., *ImageJ*. 2010.
40. Kramschuster, A., et al., *Warpage comparison between microcellular and conventional injection molding*. SPE's ANTEC, 2005: p. 5.
41. COMSOL, *Comsol Multiphysics* ®. 2009.
42. Krevelen van, D.W.N., K.te., *Properties of Polymers*. 2009: Elsevier. 1004.

43. Lee, S.-T., C.B. Park, and N.S. Ramesh, eds. *Polymeric Foams Science and Technology*. Polymeric Foam Series, ed. T.F. Group. 2007. 220.
44. Benson, J.E. and V. Kumar, *Formability of Solid - State Microcellular Polycarbonate with Varing Levels of Absorbed Carbon Dioxide*. ANTEC, 2006: p. 5.
45. Kumar, V., et al., *Experimental Characterization of Tensile Behavior of Microcellular Polycarbonate Foams*. 1994: p. 7.
46. Xu, J. and L. Kishbaugh, *Simple Modeling of the Mechanical Properties with Part Weight Reduction for Microcellular Foam Plastic*. Journal of Cellular Plastics, 2003. **39**: p. 20.
47. *Ficha técnica MAKROLON 2407*, E.B.M. Science, Editor. 2009.
48. Osswald, T., et al., *International Plastics Handbook*. 2006: Carl Hanser Verlag. 902.
49. Colombia, O.d., *Ficha técnica de CO2*.
50. Industries, E., *Product Information - Aerosil R972*. 2005.
51. manual, L., *Manual extrusora Leistritz*. 2008.
52. ICIPC, *Recipiente a presión*, R.a. presión, Editor. 2009|: Medellín.
53. ARBURG, *ALLROUNDER 420C GOLDEN EDITION - Datos técnicos*. 2008.
54. ICIPC, *Inyectora Arburg 420C Golden Edition - ICIPC*. 2009: Medellín.
55. ICIPC, *Molde de inyección de placas prototipo*, M.d.i.d.p. prototipo, Editor. 2009: Medellín.
56. ICIPC, *Postizo intercambiable de molde Campus - probetas de tensión tipo I según norma ASTM D638*. 2009.

10 ANEXOS.

10.1 MATERIALES EMPLEADOS EN EL ESPUMADO.

10.1.1 Material plástico.

Tabla 6. Propiedades del PC Makrolon 2407 [47]

Propiedad	Condiciones del ensayo	Norma	Valor
Índice de fluidez (g/10min)	300°C, 1.2kg	ISO 1133	20
Módulo Tensil (MPa)	1mm/min	ISO 527-1, -2	2400
Esfuerzo de fluencia (MPa)	50mm/min	ISO 527-1, -3	66
Deformación a la fluencia (%)	50mm/min	ISO 527-1, -4	6
Deformación a la ruptura (%)	50mm/min	ISO 527-1, -5	120
Esfuerzo a la ruptura (MPa)	50mm/min	ISO 527-1, -6	65
Temperatura de transición vítrea (°C)	10°C/min	ISO 11357-1, -2	144
Densidad (kg/m ²)	-	ISO1183	1200
Absorción de agua (Valor de saturación) (%)	Agua a 23°C	ISO 62	0.3
Absorción de agua (Valor de equilibrio) (%)	23°C, 50% r. h	ISO 63	0.12

Tabla 7. Condiciones de secado del PC[48]

Temperatura [°C]	Tiempo [s]
110 - 120	4

10.1.2 Agente espumante.

Se utilizaron pipetas de CO₂ identificado por su proveedor como Dióxido de Carbono 4.0. Según datos proporcionados por el mismo proveedor [49], la pureza del gas es de 99,99% y el contenido de agua H₂O < 5ppm.

10.1.3 Agente Nucleante.

Properties	Unit	Typical Value
Specific surface area (BET)	m ² /g	110 ± 20
Carbon content	wt. %	0.6 – 1.2
Average primary particle size	nm	16
Tapped density* (approx. value) acc. to DIN EN ISO 787/11, Aug. 1983	g/l	approx. 50
Moisture * 2 hours at 105 °C	wt. %	≤ 0.5
Ignition loss, 2 hours at 1000 °C, based on material dried for 2 hours at 105 °C	wt. %	≤ 2.0
pH in 4% dispersion		3.6 – 4.4
SiO ₂ -content based on ignited material	wt. %	≥ 99.8

*ex plant

The data represents typical values and not production parameters.

Figura 50. Ficha técnica del agente nucleante Aerosil
Tomado y modificado de [50].

10.2 EQUIPOS EMPLEADOS EN EL ESPUMADO.

10.2.1 Extrusora doblehusillo.

Tabla 8. Extrusora doble husillo[51] empleada para obtener la mezcla de Policarbonato más agente nucleante.

Marca	Diámetro	Capacidad producción [kg/h]	RPM	Torque [N.m]	L/D	Dosificadores
Leistritz	27 mm Giro corrotante y contrarotante	30 max.	500 max.	200 max.	48 modular	Volumétricos / gravimétricos

Tabla 9. Extrusora doble husillo[51] Condiciones de proceso empleadas para lograr la mezcla PC + agente nucleante.

Marca	Diámetro	Capacidad producción [kg/h]	RPM	Torque [N.m]	L/D	Dosificadores
Leistritz	27 mm Giro corrotante y contrarotante	30 max.	500 max.	200 max.	48 modular	Volumétricos / gravimétricos

10.2.2 Recipiente a presión para la absorción del CO₂.

El recipiente diseñado por el ICIPC para la absorción en estado sólido del polímero a espumar se muestra en la Figura 51. Este recipiente está hecho en acero inoxidable capaz de soportar hasta 1000 libras de presión. Las dimensiones del cilindro son 200mm de diámetro interior x

670mm de longitud. Puede cerrarse herméticamente a través de un vástago de columna giratoria. Adicionalmente, posee un manómetro cuya capacidad máxima de medida es de 1000 Psi y una válvula de seguridad para aire comprimido de 1000 Psi. Tiene también una válvula de alimentación por la que se introduce el gas y otra válvula para la descarga.

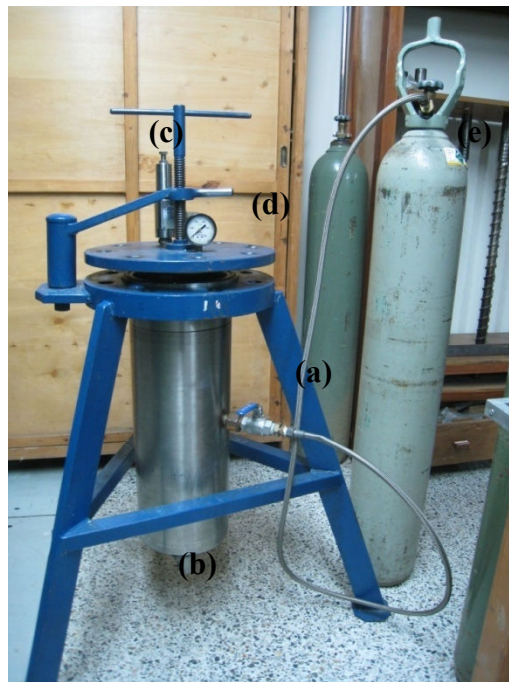


Figura 51. Recipiente de absorción y desorción del ICIPC (a) válvula de llenado, (b) válvula de descarga, (c) válvula de seguridad, (d) manómetro y (e) pipeta de CO₂. Tomado y modificado de [52].

10.2.3 Inyectora.

Inyectora marca Arburg All Rounder, Modelo 420C Golden Edition [53], de 100 toneladas (1000kN) de fuerza de cierre y diámetro de tornillo de 35mm.



Figura 52. Inyectora del ICIPC.
Tomado y modificado de [54].

10.2.1 Moldes de inyección.

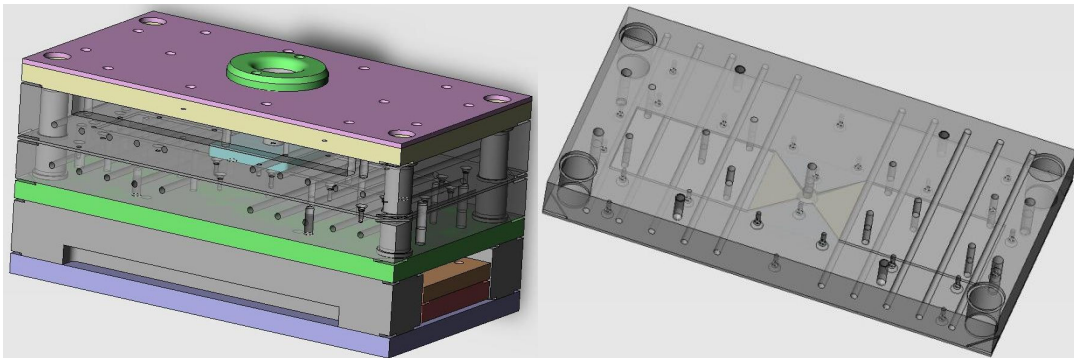


Figura 53. Molde de inyección de placas prototipo.
Tomado y modificado de [55].



Figura 54. Molde e insertos intercambiables de probetas de tensión tipo I según norma ASTM D638 e impacto DIN EN ISO 179 tipo 1EA. Tomado y modificado de [56].

10.2.1 Otros equipos.

- Balanza analítica: METTLER AE 200. Precisión ± 0.1 mg.
- Horno de vacío: Heraeus Instruments, modelo Vacuterm VT6130M. Capacidad máxima de medida es 300°C , y tiene una precisión de $\pm 0,1^{\circ}\text{C}$.
- Máquina universal de ensayos. Marca Zwick, modelo 1455. Sensor macro extensómetro digital, precisión de 5/1000mm.

- Péndulo de Impacto de la marca Zwick tipo 5102, con capacidad de 4 J.
- Calibradores. Marca Mitutoyo de precisión $\pm 0,01\text{mm}$ y otro marca Phase II, cuya precisión es de $\pm 0,0001$ pulgadas.
- Microscopio óptico. Marca Leitz Laborlux, modelo 12 Pol S. Objetivos de aumento (50X, 100X, 200X, 500X).

10.3 DETERMINACIÓN DE LA CONCENTRACIÓN DE CO₂ EN EL POLICARBONATO.

Para determinar el porcentaje de CO₂ o de agua, absorbido al tiempo t, se registró el peso del volumen de control vacío (mVC – ver Figura 55) en una balanza analítica, de precisión de $\pm 0,1\text{mg}$.(ver anexo 10.2.1). Posteriormente se registró el peso del volumen de control con el PC luego de secado (mVC+PC) y se determinó por diferencia el peso inicial del PC (mPCo).

$$m_{PCo} = m_{VC+PC} - m_{VC}$$

Posterior al proceso de absorción, se prosigue con el proceso de desorción, donde se mide la pérdida de CO₂, como la diferencia entre el peso inicial del PC (mPCo) y el peso del PC al tiempo t de desorción (mPCt), que representa el aumento de peso al momento t. Este a su vez, se puede representar como el porcentaje de CO₂ o de agua absorbido en el instante de medición.

$$\Delta m = m_{PCt} - m_{PCo}$$

$$\%CO_{2t} = \frac{\Delta m}{m_{PCo}} * 100$$

Se debe tener en cuenta que el peso del PC se debe modificar por el peso de agente nucleante según el porcentaje incorporado, de esta forma el peso de PC se calcula de la siguiente forma:

$$m_{PC} = m_{PC} - (m_{PC} * \%agente\ nucleante)$$

El material plástico (PC), sometido al proceso de absorción en el recipiente a presión (ver anexo 10.2.2), es almacenado en canastillas y el volumen de control (ver Figura 55), las cuales son perforadas en toda su superficie para permitir una adecuada exposición del policarbonato al dióxido de carbono (CO_2), dichas canastillas a su vez son introducidas en el recipiente a presión, para someterlas con el PC en su interior al proceso de desorción. En cada canastilla fue almacenada una cantidad de material igual a 1.5 kg de PC.



Figura 55. Volumen de control y canastillas perforadas para almacenar PC sometido al agente espumante CO_2 .